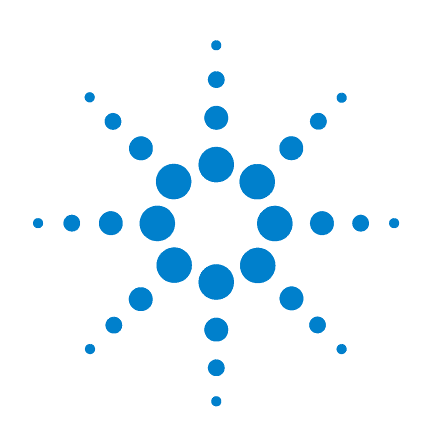
CMC 沪制00000201号



# Agilent 6820
# 气相色谱仪

## 入门手册



# 注意



## 手册部件号

G1176-97010 （中文）
G1176-90010 （英文）

## 版本

2004 年 2 月第一版

中国印刷

安捷伦科技公司
中国上海市外高桥保税区英伦路 412 号
邮编： 200131

## 致谢

Swagelok® 是Swagelok 公司的注册商标。

Microsoft® 、 Windows XP® 和 Windows® 是美国微软公司的注册商标。

## 声明

**本书内容，在将来的版本中如有变动，恕不另行通知。安捷伦科技公司对本材料，及由此引出的任何商务和特殊用途不承担责任。安捷伦科技公司对本手册中可能有的错误或与装置、性能及材料使用有关内容而带来的意外伤害和问题不负任何责任。如果安捷伦科技公司和用户对本书中的警告术语有不同的书面协议，这些术语与本书中的警告术语冲突，则以协议中的警告术语为准。**

## 安全注意事项

**小 心**

小心提示表示危险。提醒您在操作过程中注意，如果执行不当，将影响产品或丢失重要数据。不要忽视小心提示，直到完全理解和符合小心事项所列的条件。

**警 告**

**警告提示表示危险。提醒您在操作过程中注意，如果执行不当，将导致人身伤害或死亡。不要忽视警告提示，直到完全理解和符合警告事项所列的条件。**

# 目录

## 3 GC 的安装



## 4 操作准备

## A Swagelok 连接



## B 出厂的气路连接

# 6820 用户的信息材料

## 参考资料

安捷伦科技公司 6820 气相色谱仪 （GC）的参考资料，包括四本手册和一份挂图。在安装新仪器时可以用挂图作为指导。在气相色谱仪附带的光盘 （部件号 G1176-90005）中，这五本操作手册可以打印的格式提供。

阅读光盘中的手册最简便的方法，是将光盘插入计算机的光驱中，浏览 CD-ROM 并执行安装程序 **setup.exe** 。该安装程序在计算机**开始**菜单上生成快捷键，直接链接到手册上 （也可以把它拷贝到计算机的硬盘上，或是在光盘上）。在 Microsoft ® Windows® 2000 和 XP® 系统，这些快捷键安装到下列路径：

```
Start/All Programs/Agilent/6820       (XP)
Start/Programs/Agilent/6820           (2000)
```

也可以浏览 CD-ROM 直接打开文件。

## 场地准备和安装

下列文件可以指导您快速、简便地安装并验证 6820 GC 的全过程。

### 安装挂图

从这里开始，挂图提供安装步骤概要，并总结了仪器的重要的安全信息，在 “*入门手册*” 中，对每一个安装步骤都有详细说明。

### 入门手册

在安装和设置过程中阅读此书。该指南逐步说明了场地准备，您需要：

1. 准备您的工作场地
2. 提供适当的 GC 备件
3. 安装 GC 硬件

4 安装 GC 软件 （如果使用 Cerity Chemical）

5 配置 GC

6 检验 GC 工作正常

按照这些步骤您还可以学会一些您经常使用的简单而又重要的操作方法。

## 日常使用与操作

### 操作

本指南为常规 GC 操作的用户提供所有的补充说明和步骤，阅读操作手册将了解如下内容：

- GC 的重要特点
- 如何使用控制器运行样品
- GC 如何为您提供性能反馈
- 如何设定分析设定值
- 如何设定 6820 自动运行
- GC 各部件 （进样口、检测器、柱箱等）如何影响分析结果
- 在变更和修改硬件时如何配置 GC
- 在不使用 GC 时如何安全关机
- 在使用电子捕获检测器时，如何按照强烈推荐的安全防范措施进行安全工作

## 如需其它信息

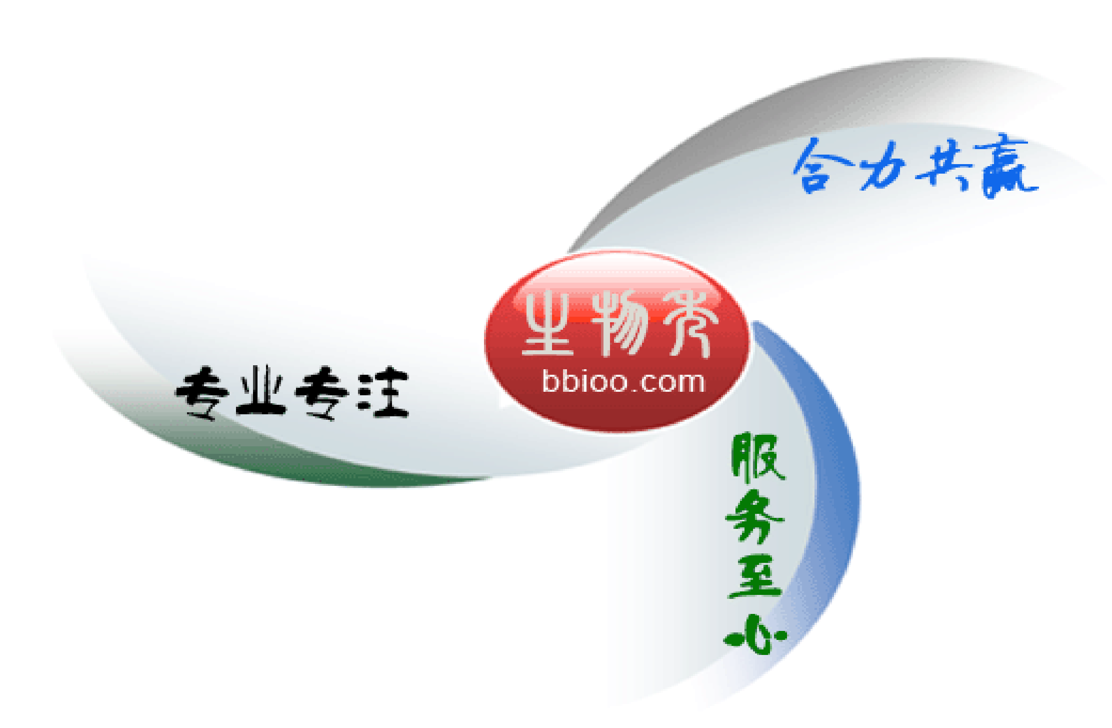
当您要了解有关仪器的详细信息，或当仪器需要维修时，请阅读下列所需要的手册。其中材料的安排适合于您自己的进度，您只需阅读所需的内容。

### 维护与故障排除

该手册说明了故障排除的方法和步骤，并逐步说明维护步骤，它说明了以下内容：

- 错误提示信息的含义，如何去处理它们
- 色谱仪故障排除技术

- 如何更换消耗性备件，如进样口、衬管和隔垫
- 如何简单地进行性能提高的工作，如检测器热净化
- 如何诊断和解决一些与硬件有关的性能和操作中的故障



# 内容提要

本手册介绍实验室中安装 6820 气相色谱仪 （GC），将 GC 与数据记录或处理设备连接，验证其工作是否正常。

## 1 6820 气相色谱仪

本章对 GC 进行概述性描述。它包括适用于整个 GC.2 的一般性警告 （热、电击等）。

## 2 场地准备

本章介绍在实验室安装 GC 前必须 （或已经）做的准备工作。

## 3 GC 的安装

本章包含安装 GC 的安装步骤。大部分步骤适用于所有的 GC 系统。有些是可选择的，例如气动阀空气管线的连接。

## 4 操作准备

本章说明在验证 GC 性能前，需要进行的基本操作步骤。

## 5 检验性能

为了检验 GC 的性能，请按照本章的介绍运行针对不同检测器类型的测试混合样品。

## A Swagelok 连接

GC 和气体管线之间使用很多 Swagelok 接头。如果您对这些 Swagelok 接头不熟悉，请参阅这些操作规程。

## B 出厂的气路连接

本附录介绍工厂标准气路连接设计——当您开箱时可能看到的 GC 的气路连接。



# 1
# 6820 气相色谱仪



在本手册中 Agilent 6280 气相色谱仪被简称为 GC （气相色谱仪）该 GC 能够同时安装两个进样口和两个检测器。

可安装的进样口：

- 使用填充柱的吹扫填充柱进样口
- 使用毛细管柱的分流 / 不分流进样口

可安装的检测器：

- 火焰离子化检测器 （FID）
- 热导检测器 （TCD）
- 电子捕获检测器 （ECD）
- 氮磷检测器 （NPD）

# 重要的安全警告

在继续下面的内容之前，一些重要的安全注意事项在使用 6820 时要时刻铭记在心。

## GC 内部的许多部件带有危险的电压

如果把 GC 连接到电源上，即使电源开关是在关的位置上，在下列地方仍然有潜在的危险电压：

- GC 和交流电源之间的电源线、交流电源本身，以及从交流电源到电源开关之间的电线。

当电源通电时下列地方也有潜在的危险电压：

- 仪器中所有电路板
- 与这些电路板连接的内部电线和电缆
- 任何加热器 （柱箱、检测器、进样口、或阀箱）的电线

**警 告** **所有这些部件都有机壳屏蔽。在有机壳护罩时，难以意外接触到危险电压。如果没有专门的操作指导，千万不要取下机壳。除非把检测器、进样口或柱箱的电源关闭。**

**警 告** **如果电源线绝缘层磨损或破旧，必须把它更换。请与安捷伦服务代表联系。**

## 静电放电对 GC 的电子部件有危险

静电危害 GC 的印刷电路 （PC）板。除非绝对必要时，否则不要接触印刷电路板。如果您必须处理它们，就要带上接地的防静电腕带，或采取其他防静电措施。如果必须要卸下 GC 右面的侧板，必须带上接地的防静电腕带。

## 许多部件有高温危险

GC 的许多部件是在高温下操作，这种温度足以引起严重烧伤。这些包括下列部件 （但还不只这些）：

- 进样口
- 柱箱及其内部的部件
- 检测器
- 将色谱柱连接到进样口或检测器上的柱螺帽
- 阀箱

您在处理这些部件以前一定要把这些部位的温度降低到室温。如果您先把加热区的温度设定到室温，它们的温度会很快降下来。待温度到达设定值时，把加热区的电源关闭。如果必须在热的部件上操作，要用扳手并带上手套。无论何时，在开始维修这类部件以前要使仪器的这些部件冷却下来。

**警 告** **在仪器后面工作要特别小心。在仪器冷却的过程中，GC 排放出来的灼热气体会引起烧伤。**

## 纤维玻璃棉

纤维玻璃棉环绕在进样口、检测器和阀箱周围，绝热罩是由高温陶瓷纤维制成。为避免吸入纤维小颗粒，我们建议您遵循下面的安全操作步骤：

- 使工作区域通风
- 戴上长套袖、手套、安全防护镜和一次性的防尘 / 防雾面罩
- 将废弃的纤维玻璃棉置于密封的塑料袋中
- 处理完纤维玻璃棉后要用凉水和中性肥皂洗手

## 氢气

氢气可以用作载气，以及 FID 燃气，当与空气混合时氢气可以形成爆炸性混合物。

**警 告**

**当使用氢气 ($H_2$) 作为载气或燃气时，要注意氢气可能会流入柱箱引起爆炸危险。所以在把管线连接好以前一定要把气源关闭，并且在把氢气连接到仪器上以前，一定要把进样口和检测器的接头连接到色谱柱上，或全部戴上堵头。**

**氢气是可燃性气体。泄漏气体如果封闭在一个密闭空间，就有引起燃烧和爆炸的危险。在任何需要使用氢气的场合，在使用仪器以前，要对所有的连接处、管线和阀进行检漏。在使用仪器以前，要使氢气气源一直保持关闭。**

**警 告**

**GC 不能在进样口以及检测器口有泄漏。因此，色谱柱接头应一直保持与色谱柱连接，或加上帽盖或塞上堵头。**

根据当地环境健康与安全 (EHS) 的规定，当使用氢气时，要进行检漏，以防可能造成的火险或爆炸的危险。在更换气瓶和维修管线之后一定要进行检漏。一定要确保排气管通入通风橱中。

## 电子捕获检测器 (ECD)

这一节讲述有关电子捕获检测器 (ECD) 的许可证说明、处理预防和安全的要求。

ECD 包括一个装有 $^{63}$Ni 的池体，$^{63}$Ni 是放射性同位素。$^{63}$Ni 释放出的 β 射线与载气分子碰撞，产生出低能量的电子 — 每一个 β 射线粒子产生出大约 100 个电子。这些自由电子形成很小的电流 — 称为*参考*电流或*稳定电流* — 被收集和测定。

### $^{63}$Ni 同位素

在池体中所使用的放射性同位素是 $^{63}$Ni ，把它镀到池体内壁上，在所用的色谱分析温度下是固体，其他性能见表 1。

**表 1** $^{63}$Ni 的性能

| | |
|---|---|
| 半衰期: | 101.1 年 |
| 放射性: | 65.87 keV 最大， β 射线 |
| 熔点: | 1453°C |
| ECD 活动部分的尺寸: | 内径：6 mm，高：4.2 mm |
| 总活性 （ECD 池体） | 最大 555 MBq （15 毫居里） |

### ECD 许可证

在中国的用户可以用普通许可证或放射性工作许可证来购买ECD，其它国家的用户应与当地的安捷伦公司分公司联系，得到有关部门的相关信息。

下面关于许可证的详细说明反映的是中国的规定。

**特殊许可证** 需要特殊许可证的 ECD 要求用户要从卫生部门或当地政府的代理机构的材料许可，允许您拥有使用这种检测器需要的放射性同位素种类和数量。您可以把 ECD 运输、出售或转移给其它特殊许可证持有者。如果许可证允许，您也可以打开 ECD 进行清洗。

**普通许可证** ECD 的普通许可证不需要材料许可证。只要您直接从安捷伦公司购买 ECD，您就自动地成为普通许可证的持有者。有些国家可能要求您在政府机构登记使用 ECD。

普通许可证有一定的限制：

1 持有者不能打开 ECD 的池体。
2 持有者不能以任何方式改造池体。
3 持有者不能使用任何溶剂 （包括水）清洗池体内部。
4 持有者不能干扰或试图破坏 ECD 可能提供的过热电路。
5 持有者不能把 ECD 转让给其他人和其他场所，除非是符合有关规定。
6 持有者必须至少每六个月进行一次放射性泄漏检查，或按照当地机构的要求进行处理。
7 持有者必须按照当地机构 （如，卫生部门或某些国家的政府机构）的要求保留记录。
8 持有者必须把事故或可能导致危害的故障，通报给管理机构。

其它信息请参考出版物 “Information for General Licenses”（普通许可证的说明）部件号 5961-5664 。

## ECD 警告

尽管 6820 ECD 所使用的 β 粒子的能级有很小的穿透力 — 皮肤表层或几层纸就可以挡住大部分 β 射线粒子 — 但是如果摄入或吸入这些同位素就可能是有害的。所以要很小心地处理检测器池体：在规定时间间隔里，一定要检测放射性的泄漏；当检测器不使用时，一定要把进口和出口接头堵住；不要把有腐蚀性的化学物质导入检测器；而且从检测器排除的废物一定要排放到实验室环境外面。

警 告

**必须避免使用可以和 $^{63}$Ni 源反应的物质，无论是生成挥发性产物还是引起镀膜物理性降解的物质，这类物质包括氧化性化合物、酸、卤素的水溶液、硝酸溶液、氨水，硫化氢，多氯联苯和一氧化碳。这些清单并不很详尽，只是说明可能导致 $^{63}$Ni 检测器损坏的几类化合物。**

**在极不可能的情况下，如柱箱和检测器两个加热区同时进入加热失控状态 （最大值，温度超过 400 °C 时不可控），同时检测器一直处于这一状态下超过 *12* 小时，就要采取下列的措施：**

- 戴上一次性塑料手套，关闭总电源使仪器冷却后，把检测器入口堵住，而使检测器排气口打开。并观察正常的实验室安全预警。
- 请与当地的销售分公司联系更换或处理事宜。
- 附上一封说明损毁情况的信件。

即使在这样很少见的情况下，放射性物质也不太可能从检测池中泄漏。但是可能永久性损坏 $^{63}$Ni 镀膜，所以检测池必须返回厂家进行更换。

**警 告**

**不要使用溶剂清洗 ECD。**

**除非您得到当地卫生部门授权，否则不可以打开检测器池体。不要弄乱四个埋头螺钉。它们把检测器池的两半固定在一起，卸下或弄乱它们将违反普通许可证款项，并会造成安全危害。**

---

### 处理 ECD 的安全措施

无论何时都要遵循下列预防措施：

- 当处理 ECD 时一定不要饮食或吸烟。
- 处理或接近打开的 ECD 处工作时一定要带上安全防护眼镜
- 穿上防护服如实验服、安全防护镜和手套，并遵守优良实验室规范。在处理 ECD 后一定要用柔性、无磨擦的清洁剂彻底洗手。
- 当不使用 ECD 时把它的进出口安上堵头。
- 把 ECD 排放出来的气体通到通风橱或排放到室外。

  安捷伦科技公司建议排气管的内径等于或大于 6 mm （1/4 英寸）。如果用该内径的管线，长度不限。

# 安全和法规标准

6820GC 符合以下安全标准：

- 加拿大标准协会 （CSA）：C22.2 No. 1010.1
- CSA/ 国家认可测试实验室 （NRTL）：UL60101A-1
- 国际电工技术委员会 （IEC）：61010-1
- 欧洲标准 （EN）：61010 － 1

6820 GC 符合下面有关电磁兼容性 （EMC）和无线电频率干扰 （RFI）法规：

- CISPR 11/EN 55011：Group 1, Class A
- IEC/EN 61326
- AUS/NZ

这一 ISM 设备符合加拿大 ICES － 001 的要求。 Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB-001 du Canada..



6820 GC 是按照 ISO 9001 质量认证体系标准进行设计和生产。

## 信息

安捷伦科技有限公司 6820 GC 符合国际电子技术委员会 （IEC） 的下列分级：安全等级 I，过压级别 II 级，污染等级 2。

该仪器从设计到测试都是依据公认的安全标准进行的，仪器设计为室内使用。如果仪器的使用方式违反了厂方的规定，可能破坏仪器的保护系统。一旦 6820 GC 的安全保护系统损坏，应立即断开所有电源，使仪器避免不正常的运行。

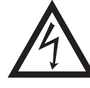
维护时，请征询专业维护人员进行维护。替代备件或未经授权对仪器作任何改动，都可能会造成安全事故。

## 符号

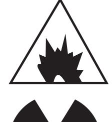
在对仪器进行操作、维护、修理的任何阶段，都要遵守手册中或仪器上注明的警告提示。如果不遵守这些注意事项，将违反设计和使用的安全标准。安捷伦科技公司对客户不遵守这些要求造成的故障不予负责。

详细信息请参见附加说明。 

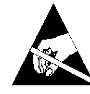
表示灼热的表面。 

表示有危险电压。 

表示保护接地端。 

表示有爆炸危险。 

表示有放射性危险。 

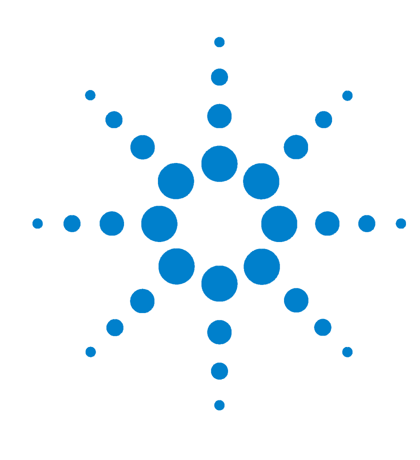
表示防止静电放电。 

# 清洗

清洗时，断开电源，用湿的软布来擦净。

# 产品的回收

如果要回收产品，请与当地的安捷伦分公司联系。





# 2
# 场地准备



本章主要讲述您在实验室安装气相色谱仪前务必（或已经）进行准备的事项。

# 清单

使用下面的清单可以避免遗漏某项准备工作。许多项目后面的参考页码可引导您找到更详尽的信息。

## 通用清单

- ✔ 要有足够的实验台空间放置 GC 和辅助设备
- ✔ 适当的操作环境 （第 27 页）
- ✔ 适当的工具 （第 28 页）
- ✔ 适当的备件 （第 28 页）
- ✔ 适当的电源
- ✔ 高纯度的载气 （第 28 页）

## 对于 FID

- ✔ 高纯度氢气 （第 28 页）
- ✔ 干燥、清洁的空气 （第 28 页）

## 对于气动阀

- ✔ 压缩空气 （或更好的空气）（第 33 页）

## 安装工具包

- ✔ 一套安装工具包，部件号 19199M，包括备件螺母、垫圈、三通接头、螺帽、适合 Swagelok 接头的扳手、附加的铜管、管线切割器、检漏液及 Torx 螺丝刀。

## 外部气体压力控制附件

附件 G4323A 包含两个 0.7 MPa （100 psi）带有表头和开关阀的压力表。

## 实验台空间要求

6820 GC 宽 68 cm （27 英寸），高 50 cm （20 英寸），厚 52 cm （21 英寸）。您可能需要为 GC 的附加设备准备更多的空间。

GC 是靠对流冷却。空气入口在仪器的侧板和下方。热空气从顶部、后面及侧面板上的槽孔排出。不要妨碍仪器周围空气的流动。

**小 心** 为了正常冷却和一般的安全考虑，一定要在安装盖板的情况下操作仪器。

GC 的上部空间一定要无障碍，包括没有架子或其它障碍物妨碍接触仪器顶部和干扰冷却。

从仪器后面柱箱出口排出的热空气 （最高可达 425°C），要求仪器后面至少 25 cm （10 英寸）的范围内无影响热空气逸散的障碍物。

**警 告** **不要把对温度敏感的物品 ( 如 , 高压钢瓶、化学药品、压力表和塑料管等 ) 放在热空气的通道上。否则这些物品将会被损害，而塑料管会熔化。仪器冷却过程中如果在其后面工作时一定要小心，避免被排出的热气烧伤。**

表 2 列出了气相色谱仪和其它经常与该气相色谱仪一起使用的安捷伦仪器的尺寸、功率要求、产生的热量以及重量数据。运用这个表以确保您有足够的空间和功率来满足整个系统的要求。仪器之间要求至少有 10 cm （4 英寸）的空间以便通风。

当所有加热区域设置到其最高温度时， 200 v 电源的仪器所产生的最大热量为 10071 （最大值） BTU/ 小时。使用其他电源的仪器均为 7681 （最大值） BTU/ 小时。

**表 2** 规格、功率及重量

| 仪器 | 高度 | 宽度 | 厚度 | 最大功率 （VA） | 重量 |
|---|---|---|---|---|---|
| **6820 气相色谱仪** | 50 cm<br>20 英寸 | 68 cm<br>27 英寸 | 52 cm<br>21 英寸 | 2950 （200 v 时）<br>2250 （其它电压时） | 60 千克<br>132 磅 |
| **带有显示器的计算机***| 54 cm<br>21 英寸 | 42 cm<br>17 英寸 | 39 cm<br>15 英寸 | N/A | N/A |
| **计算机键盘*** | 5 cm<br>2 英寸 | 47 cm<br>18 英寸 | 18 cm<br>7 英寸 | N/A | N/A |
| **打印机†** | 30 cm<br>12 英寸 | 46 cm<br>16 英寸 | 40 cm<br>16 英寸 | 300 （最大值） | 16.8 kg<br>37 磅 |
| **安捷伦积分仪** | 13 cm<br>5 英寸 | 46 cm<br>18 英寸 | 46 cm<br>18 英寸 | 50 | 4.3 kg<br>9.5 磅 |

* 中等大小台式电脑的一般技术指标。

† 常用打印机的一般技术指标。

## 排出有毒或有害气体

在带有多个检测器和进样口的气相色谱仪正常运行过程中，一些载气和样品将会排出仪器。如果任一样品组分是有毒或有害的，或者如果氢气作为载气，这些排放气一定要排到通风橱里。将 GC 放在通风橱里或用一个大管径排气管连接到仪器，以保证排气正常。

为了进一步防止有害气体的污染，您可以在分流放空口接一个化学捕集阱 （部件号 G1544-60610）。

# 电源的要求

## 接地线

**小 心** 必须正确的接地以保证 GC 正常操作。

为了保护用户，仪器的金属面板和壳体都用符合 IEC （国际电子技术委员会）要求的三线电源插头实现接地。

这些三线电源插头插在适当的接地插座上时，仪器就得以接地，并使电击危险降到最低。适当的接地插座是指与适当的地线相接的插座。应检查插座接地是否正确。

要确保 GC 与一个专用的插座连接。用专用的插座会减少干扰。

**小 心** 任何干扰或断开接地导体的操作都会产生对人体伤害的电击。

## 电源电压

气相色谱采用表 3 列出的一种交流电源，这取决于订货国的电压标准。 GC 设计要求在特定电压下工作；确保您的 GC 电压选择适合您的实验室。您的 GC 电压要求印在仪器电源插座旁的盖板上。

表 3　电源电压的要求

| 电压[*] | 最大功率消耗 （VA） | 电源要求 |
| --- | --- | --- |
| 120 V (+5%/-10%) | 2,250 | 专用的 20 安培 |
| 200 V (+5%/-10%) | 2,950 | 专用的 15 安培 |
| 220 V (+10%/-10%) | 2,250 | 专用的 15 安培 |
| 230 V (+5%/-10%) | 2,250 | 专用的 10 安培 |
| 240 V (+5%/-10%) | 2,250 | 专用的 10 安培 |

* 所有电压的频率范围是 48 – 66 Hz。

# 操作环境

在下面推荐的条件范围内 （见表 4）操作 GC，会确保仪器的最佳性能和寿命。

表 4　　环境限制

| 推荐的温度范围 | 可用的温度范围 |
| --- | --- |
| 20 – 27°C | 5 – 45°C |

| 推荐湿度范围 | 可用的湿度范围 |
| --- | --- |
| 50% – 60% | 5% – 90%，没有冷凝 |

| 推荐的海拔高度范围 |
| --- |
| 最高 4000 m （13000 英尺） |

GC在极端温度或湿度下暴露后，需要用15 min回到推荐的范围内。

# 气体纯度

一些气体供应商提供“仪器”级或“色谱”级纯的气体，专门用于色谱仪。我们推荐 GC 使用这些等级的气体。

通常，所有使用的气源的纯度应该为 99.995%－ 99.9995%或更高（见表 5）。应只含有非常低的（低于 0.5 ppm）氧气和总烃。不推荐使用有油的空气泵，因为它们可能含有大量的烃类。

强烈推荐在主要钢瓶的压力表之后安装高质量的干燥管和烃类捕集阱。

**表 5** 载气和检测器气体纯度

| 载气 | 纯度 |
|---|---|
| 氦气（He） | 99.9995% |
| 氮气（$N_2$） | 99.9995% |
| 氢气（$H_2$） | 99.9995% |
| 氩气（Ar）/ 甲烷 | 99.9995% |
| **检测器辅助气体** | |
| 氢气（$H_2$） | 99.9995% |
| 空气（干燥） | 零级或更好 |

# 载气

您所要用的载气取决于检测器的类型和性能要求。表 6 列出了适用于毛细管柱和填充柱的载气。

**表 6** 推荐的载气

| 检测器 | 载气 | 说明 |
| --- | --- | --- |
| 热导检测器 （TCD） | 氦气 （He） | 通用 |
| | 氢气 （$H_2$） | 最大灵敏度[*] |
| | 氮气 （$N_2$） | 检测氢气时[†] |
| | 氩气 （Ar） | 检测氢气时灵敏度最大[†] |
| 火焰离子化检测器 （FID） | 氮气 （$N_2$） | 最大灵敏度 |
| | 氦气 （He） | 可接受的替代气体 |
| 电子捕获检测器 （ECD） | 氮气 （$N_2$） | 最大灵敏度 |
| | 氩气 / 甲烷 | 最大动态范围 |
| 氮磷检测器 （NPD） | 氦气 （He） | 通用 |
| | 氮气 （$N_2$） | 可接受的替代气体 |

* 比 He 稍微灵敏，与某些化合物不相容。

† 用于分析氢气或氦气。对其他化合物将会大大降低灵敏度。

## 气路连接

**警告**

**所有装有压缩气体的高压钢瓶都应该牢牢固定在不能移动的建筑物或永久的墙上。压缩气体应该依照相应的安全规定存储和处理。**

**高压钢瓶不能放在柱箱热气排放的通道上。**

**为了避免可能对眼睛造成伤害，当使用压缩气体时请戴上防护镜。**

**小心**

不要用二氯甲烷或其它卤代物溶剂来清洗用于电子捕获检测器的管线。如果它们残留在管道中，会造成基线升高和检测器噪音。

气体应该通过预处理的铜管 （部件号：5180-4196）通向仪器。不要使用一般的铜管 — 因为含有油和污染物。

**小心**

不要使用塑料管为 GC 的检测器和进样口供气。塑料管可以渗透氧气及其它能使色谱柱和检测器造成损害的污染物，并且如果接近高温排出气或高温部件，塑料管就会熔化。

气体在流经流量和压力控制设备时，在它们两头至少有 0.14 MPa（20 psi）的压力差才能正常工作。气源压力和容量要足够高以便能确保这一点。

火焰离子化检测器必须要用专门空气源。使用其他设备共用空气源时，压力脉冲将会影响工作。

供气管线的直径取决于气源和 GC 之间的距离，以及特定气体的总流量。当管线短于 4.6 m （15 英尺）时，八分之一英寸的管线就足够了。当距离大于 4.6m，或几台仪器共用同一气源时，要用较大直径 （1/4 英寸）的管线。如果需要气体的流量大 （例如 FID 需要的空气），也要用大直径的管线。

# 二级压力表

为了消除压力脉冲，在每个气瓶使用一个二级压力表。推荐使用不锈钢隔膜型压力表 （见图 1）。

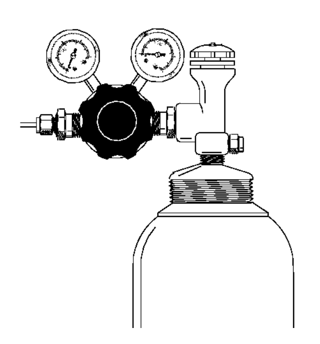


**图 1** 二级压力表

使用的压力表类型取决于气体类型和供应商。安捷伦消耗品与备件手册包含的信息可以帮助您按照压缩气体协会 （CGA）的决定来选择正确的压力表。安捷伦提供压力表工具包，其中包含正确安装压力表所需的一切备件。

安装在二级压力表出口处的开关阀并不是必需的，但是很有用。要确保阀是不锈钢材质，或无衬垫的隔膜阀。

在二级压力表出口和您要连接的气管接头之间的螺纹接口必须用聚四氟乙烯胶带 （生料带）密封。对于所有接头，推荐使用**仪器级**的聚四氟乙烯胶带 （部件号：0460-1266），这种胶带中的挥发性物质已经被除去。*不要用*漆料来密封螺纹，因为它含有易挥发组分，能污染管道并产生鬼峰和基线噪音。

# 气体捕集阱

为了获得最佳的灵敏度，要安装高质量的气体捕集阱以便除去水分和其他污染物。

载气中的**水分**会损坏色谱柱。请在气源压力表后面和其它捕集阱前安装 5A 型分子筛干燥管。

**烃类物质**会产生信号噪音和鬼峰。一个烃类捕集阱会除去气体中的有机物。它应该安装在分子筛干燥管之后和脱氧管之前。

**氧气**会损害色谱柱并降低 ECD 的性能。脱氧管将从气体中除去 99% 的氧气以及微量水分。因此它应该安在一系列捕集阱的最后。载气和 ECD 用的气体一定要安装脱氧管。 FID 燃气 （氢气）不要使用脱氧管。

表 7 列出了一系列适合于载气的捕集阱。

**表 7** 推荐的捕集阱

| 说明 | 部件号 |
|---|---|
| 预老化的干燥管：金属外壳， S 形状 , 用于载气净化。内装 5A 分子筛， 45/60 目， 1/8 英寸的接头 | 5060-9084 |
| 烃类捕集阱：金属外壳， S 形状，装有 40/60 目活性炭， 1/8 英寸的接头 | 5060-9096 |
| 脱氧管 （用于载气和 ECD 气体）：金属外壳， 1/8 英寸的黄铜接头。该捕集阱是不能再生的。 | OT1-2 或 OT-3 |

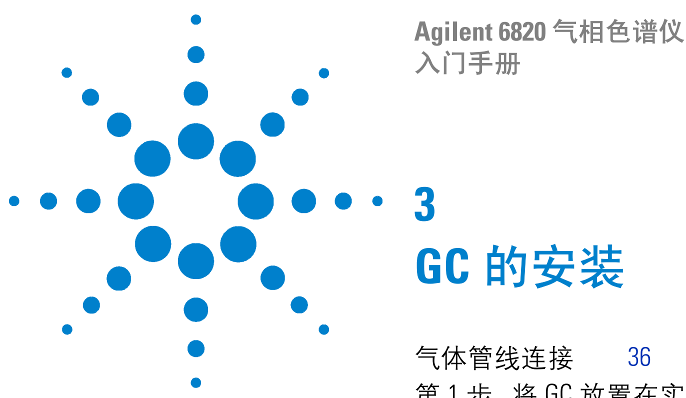
捕集阱应该按表中的顺序安装。有关更多的建议，请咨询安捷伦科技公司或访问安捷伦网页 **www.chem.Agilent.com**。选择**色谱柱和附件** （**Columns and Accessories**），然后**选择气体净化器** （**Gas Purifiers**）。

# 气动阀用空气

有些阀是用压缩空气来驱动的 （其他阀是电动或手动的）。驱动气体一定要无油、无水份和无微粒物质。它可以用干燥的带压力调节的钢瓶提供，冷气或压缩空气也可以接受。

大部分阀需要 0.14 到 0.3 MPa （20 到 40 psi）的压力来操作。高压阀可能需要高达 0.5 MPa 的压力。

阀需要专门的气源。不能与检测器共用气源。



# 3
# GC 的安装



本章内容包含 GC 的安装程序。大部分步骤适合所有的 GC 系统。有些是可选择的，例如气动阀驱动空气的管线连接。对于在一般的 6820 系统中从 GC 到其他仪器的连接电缆也提供了操作指导。

# 气体管线连接

大部分安装步骤都包括把气体管路连接到气体钢瓶、气体捕集阱和多管系统。采用 Swagelok 接头来形成密封连接。如果您不确定如何使用 Swagelok 接头，请参阅 附录 A，“Swagelok 连接”部分的操作指导。

图 2 和图 3 分别是 6820 GC 的前视图和后视图。

**警 告**

**氢气是可燃性气体。如果使用氢气或其他可燃性气体，就要定期进行检漏。要确保在所有管线接头连接好之前，氢气源是关闭的；并且要确保在仪器系统中有氢气的任何时候，进样口接头可以与色谱柱相接，或用螺帽密封。**

**替代部件或对仪器进行任何未经授权的改造，都会导致安全问题。**

**在进样口、检测器、阀箱和绝热套周围的绝热体都是由高温陶瓷纤维 （RCF）制成。为了避免吸入 RCF 微粒，我们推荐以下安全措施：工作区域通风；戴上长套袖、手套、防护眼镜和一次性的防尘 / 防雾面罩；废弃的绝热材料要置于密封的塑料袋中；处理完绝热材料后要用凉水和中性肥皂洗手。**

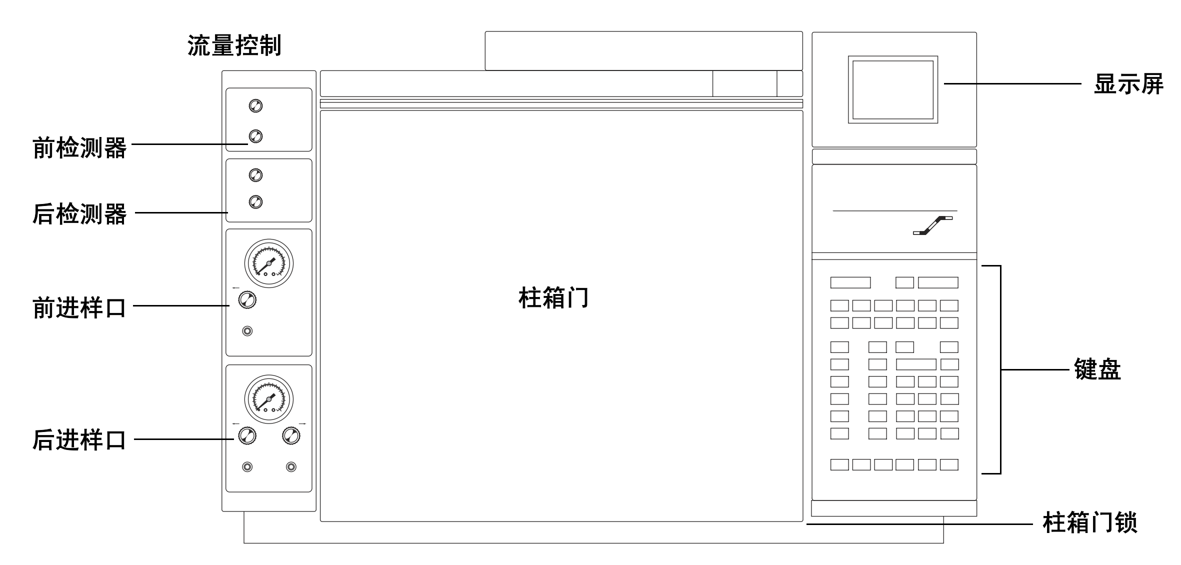



图 2　　6820 GC 前视图

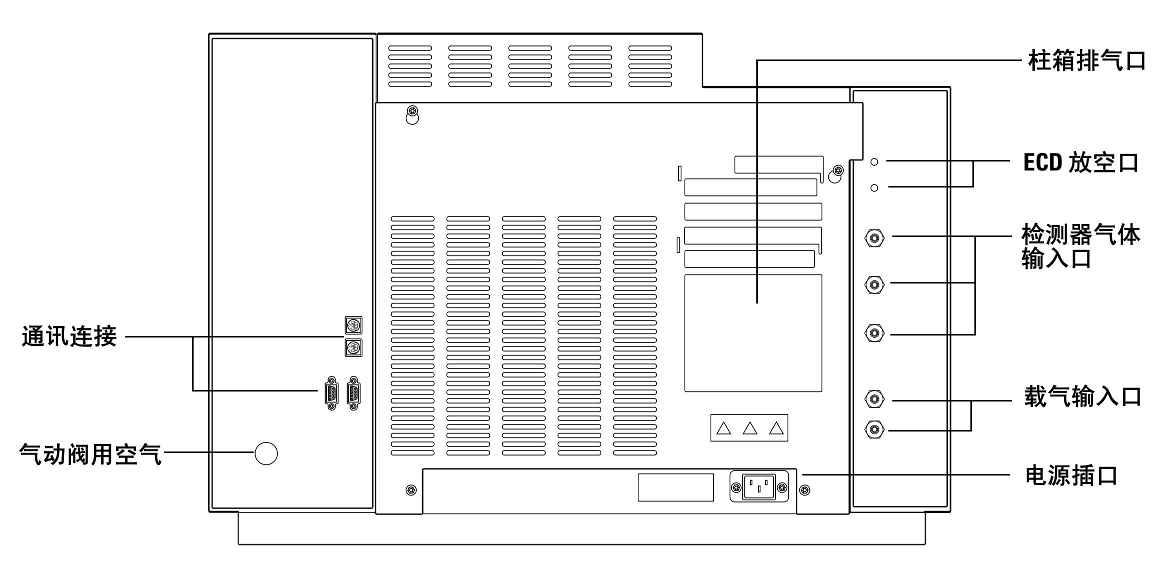



图 3　　6820 GC 后视图

# 第 1 步 . 将 GC 放置在实验台上并打开柱箱门

## 开箱

1 检查装运仪器的包装是否损坏。如果包装箱有损坏或有挤压的迹象，请通知送货人和安捷伦当地分公司。

   保存好所有包装材料，以便送货人检查。

2 对照装箱单清点收到的货物。如果有差异，请立刻通知安捷伦当地分公司。

   保存包装箱，直到您检查证明它们所装的物品是完整的，并验证了仪器性能是正常的。

## 放置地点

GC 需要的实验台能承受其自身重量及可能与 GC 一起使用的其他设备重量。这个区域上方必须没有任何妨碍仪器冷却和限制接触仪器顶部的物体。

**警 告** **提起 GC 时要小心。由于 GC 很重，需要两个人抬起。当移动 GC 时，要注意它的后部比前面重。**

1 把 GC 从包装箱中取出。

2 把 GC 放置在实验台上。确定气源和电源容易连接。把其他设备放在接近 GC 的合适位置。

## 拆卸保护帽和包装物

某些检测器和仪器左边面板上的气体放空口在运输时可能加有防护帽。请拆卸这些保护帽。

打开柱箱门。从柱箱里面取出所有包装物。

# 第 2 步 . 连接载气、检测器和气动阀用空气，并检查外部是否漏气

### 需要的备件

- 1/8 英寸的预处理过的铜管
- 管线切割器
- 1/8 英寸的 Swagelok 接头螺母，前后压环垫圈
- 两个 7/16 英寸的扳手

**注 意** 开始安装前，请参阅从第 103 页开始的附录 B，“出厂的气路连接”，决定需要什么类型的管线连接。

1 关闭所有的气源。测量连接气源出口和 GC 上进样口接头间所需管线的长度。考虑您需要哪些气体捕集阱或三通接头。

**注 意** 如果气源需要大于 4.5 m （15 英尺）的 1/8 英寸气体管线，请使用带有合适硬件的 1/4 英寸气体管线。

2 用管线切割器截取需要长度的管线 （图 4）。

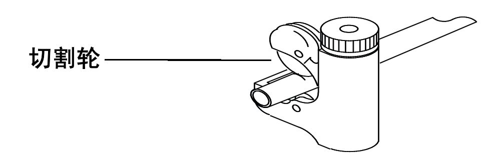



**图 4** 常用的管线切割器

3 用 Swagelok 接头将管线连接到气源。参阅附录 A，“Swagelok 连接”。

## 在供气管线上安装捕集阱

需要的备件：

- 1/8 英寸的预处理过的铜管
- 管线切割器
- 1/8 英寸的 Swagelok 接头、螺帽和垫圈
- 两个 7/16 英寸和一个 1/2 英寸的扳手
- 捕集阱

1 确定在供气管线上哪些位置安装捕集阱。图 5 表示推荐的载气捕集阱安装顺序和开 / 关阀的位置。

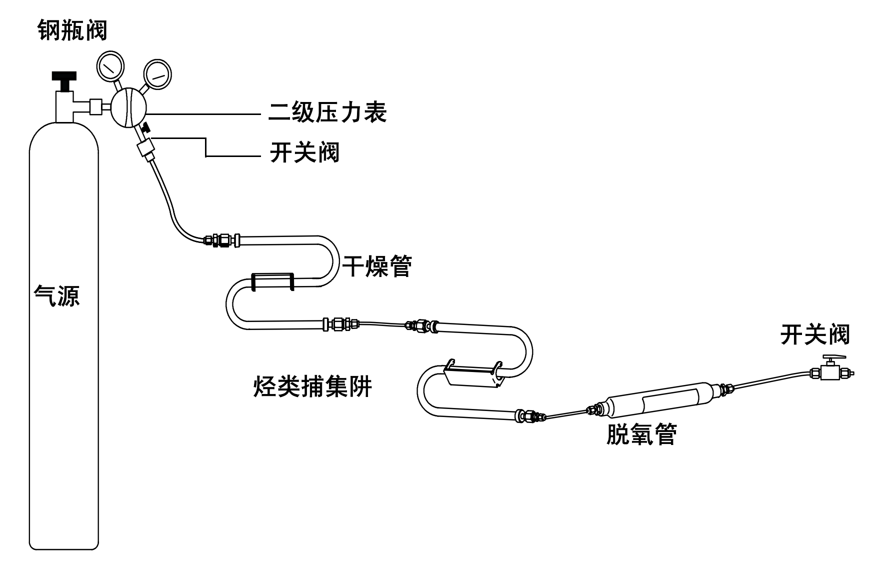



**图 5** 气源的管线连接

2 用管线切割器截取所需长度的管线。

3 连接捕集阱和管线。开 / 关阀不是必需的，但是当需要更换气体钢瓶或捕集阱时却很有用。

## 用管线连接进样口和检测器的接头

管线连接在 GC 左侧的气路连接件后面。由工厂安装的 GC 内部管线连接取决于仪器所用检测器的类型。如需详细内容，请参阅从第 103 页开始的附录 B，“出厂的气路连接”。

## 检查气体接头是否漏气

不推荐使用检漏液，例如肥皂水，特别是在清洁是很重要的地方。如果漏气，这些液体就会污染管线并影响分析。如果确实要使用检漏液，就要在检漏后立即清洗接头以除去皂膜。

**警 告** **当用检漏液时，为了避免潜在的电击危险，请关掉 GC 并拔下总电源插头。小心不要把检漏液溅到导线上。**

**需要的备件：**

- 电子检漏仪 （首选）
- 检漏液 （第二选择）

1 在气源 ( 通常是钢瓶 ) 压力表处设置载气压力大约为 0.35 MPa （50 psi）。
2 设置 FID （如果有 FID）气体压力如下：
   - 氢气 = 0.35 MPa (50 psi)
   - 空气 = 0.35 MPa (50 psi)
3 使用检漏仪，检查每一个接头是否漏气。
4 紧固接口来排除漏气。重新检测该连接头；继续紧固，直到所有的连接处都不漏气。
5 关闭进样口和检测器的气体气源。

## 连接气动阀用空气 （可选项）

这些阀由气体驱动。它们应该由专用的气源供气；不能跟检测器共用同一个气源。

气动阀用的空气由 1/4 英寸的塑料管提供。如果 GC 是与阀一起订购的，塑料管就已经与制动器连接上，并且从 GC 的后部延伸出来。附加的阀带有 1/4 到 1/8 英寸的缩径接头，以用于管线连接。

**小 心** 使这些管线远离柱箱排气口，因为热气将会熔化这些塑料管。

---

**需要的备件：**

- 1/4 英寸的 Swagelok 接头和前后压环垫圈
- 两个 9/16 英寸的扳手

关闭空气源。如果需要截短塑料管，请使用锋利的小刀。用 1/4 英寸的 Swagelok 接头螺母和垫圈将管线连接到空气源，如图 6所示。

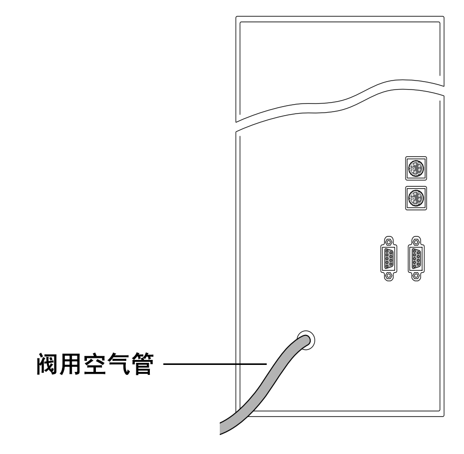



**图 6** 阀驱动空气管线

## 连接 ECD 放空管 （如果有 ECD）

在气体连接面板上面有两个接头。它们与 ECD 内部的排气孔相连接。用管线从该接头连接到通风厨。

# 第 3 步 . 设置气体压力并吹扫系统

## 设置气源压力

气体钢瓶压力表的压力设置取决于以下因素：

- 达到您需要使用的最高气体流量所需的压力。

  压力 / 流量的关系取决于色谱柱或涉及到的设备。最好的方法是开始时使用中等压力，然后根据需要逐步调节。

- 流量控制设备两侧的压力差约为 0.2 MPa （25 psi）时就能保证这些设备正常工作。
- 气路系统*最弱* 的部分的压力限。

  Swagelok 接头和铜管足以满足 GC 所用最高压力的要求。

  为了避免过多的磨损和泄漏，我们推荐最大的连续操作压力为 1.2 MPa （170 psi）。

  气体捕集阱常常是系统中最弱的部分。这些捕集阱应当在捕集阱管壁上，或者在所附资料上，标明最大操作压力。气源压力不能超过供气系统中*最低*的最大操作压力。

  表 8 建议开始时的气源压力值。

**表 8** 建议开始时的气源压力值

| 气体 | 应用 | 气源压力 |
|---|---|---|
| 载气 | 填充柱 | 0.40 MPa (60 psi) |
| | 毛细管柱 | 0.55 MPa (80 psi) |
| FID 所用的空气 | 检测器 | 0.55 MPa (80 psi) |
| 氢气 | 检测器 | 0.40 MPa (60 psi) |
| 气动阀所用的空气 | 阀 | 0.14 MPa (20 psi) |

## 设置内部压力表的压力

打开 GC 左侧门。会看到带有三个单级压力表的面板，见图 7。

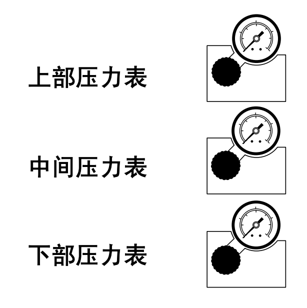



**图 7** 内部压力表

内部压力表压力的设置如表 9 所示。

**表 9** 内部压力表设置

| | 压力表设置，MPa (psi) | | |
|---|---|---|---|
| **检测器** | **上部** | **中间** | **下部** |
| FID | 0.27 (40) | 0.17 (25) | 0.27 (40) |
| FID / FID | 0.27 (40) | 0.17 (25) | 0.27 (40) |
| TCD | 0.27 (40) | | 0.27 (40) |
| TCD / TCD | 0.27 (40) | | 0.27 (40) |
| ECD | 0.20 (30) | | 0.27 (40) |
| ECD / ECD | 0.20 (30) | | 0.20 (30) |
| NPD | 0.20 (30) | 0.17 (25) | 0.24 (40) |
| NPD / NPD | 0.20 (30) | 0.17 (25) | 0.27 (40) |
| ECD / FID | 0.27 (40) | 0.17 (25) | 0.20 (30) |
| ECD / NPD | 0.20 (30) | 0.17 (25) | 0.27 (40) |
| TCD / FID | 0.27 (40) | 0.17 (25) | 0.27 (40) |

表 9　内部压力表设置

| 检测器 | 压力表设置，MPa (psi) | | |
| --- | --- | --- | --- |
| | 上部 | 中间 | 下部 |
| TCD / ECD | 0.27 (40) | | 0.20 (30) |
| TCD / NPD | 0.20 (30) | 0.17 (25) | 0.27 (40) |
| NPD / FID | 0.27 (40) | 0.17 (25) | 0.27 (40) |

## 吹扫供气系统

**警 告**

**在这个过程中，您可能会使氢气从进样口或 FID 流入柱箱。如果柱箱密闭，就会产生爆炸性混合物。**

**为了避免形成爆炸性混合物，请保持柱箱门打开。氢气很快就会扩散出去。**

1 打开气源。
2 打开柱箱门并在该过程中一直保持其打开状态。
3 打开检测器流量控制模块上的开 / 关阀。
4 打开控制，进样口模块会形成载气流。
5 用 5 min 的时间让气体吹扫管线、捕集阱、压力表、流量控制模块、进样口及检测器。
6 在流量控制模块上关闭气体。
7 关闭气源。
8 关闭柱箱门。





# 4
# 操作准备



在检验 GC 的性能之前，请按照本章的叙述完成这些初步准备工作。

# 第 4 步 . 安装色谱柱悬挂架和测试柱

在 6820 中，随机提供了一根 530 μm 系列的毛细管色谱柱。这一色谱柱能与任何进样口或检测器一起使用，最初的仪器检验就需要这根色谱柱。

安捷伦的毛细管色谱柱缠绕在金属丝框架上，并安放在一对勾在柱箱内顶部槽口中的支架上。如图 8 所示。

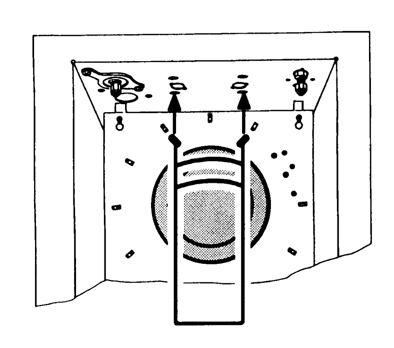


**图 8** 安装色谱柱悬挂架

这个支架有两个悬挂色谱柱的位置。使用最能把色谱柱置于柱箱中心的位置。

# 第 5 步 . 准备测试柱

安装前必须准备测试用毛细管柱。正确的准备工作能保证色谱柱末端没有毛刺或锯齿边缘，也没有被石墨或其他物质污染。

## 需要的备件

柱螺帽和垫圈
毛细管柱
管线切割器
放大镜
甲醇
丝绸布
隔垫

**警 告**

**当处理、切割或安装玻璃或熔融石英毛细管柱时，应戴防护眼镜以防微粒飞入眼睛造成伤害。还要小心处理毛细管柱以免被其刺伤皮肤。**

1 把隔垫、毛细管柱螺母和垫圈安装于柱端。如图 9 所示。

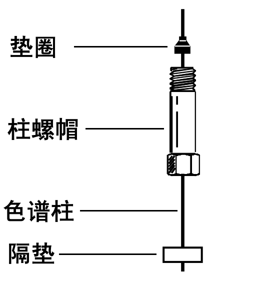



图 9　安装色谱柱接头

2 使用玻璃刻痕工具刻划色谱柱。刻痕部位必须平直，确保截口整齐 （图 10）。

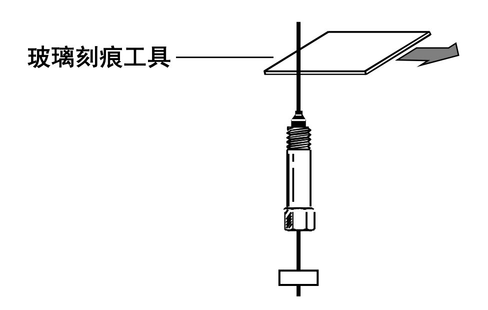



图 10　刻划色谱柱

3 在刻痕背面顶住色谱柱，折断色谱柱 （如图 11）。用放大镜观察柱端，以确保没有毛边或呈锯齿状。

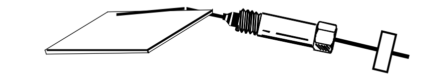


图 11　截断色谱柱

4 用蘸有甲醇的丝绸布擦拭毛细管柱壁 （如图 12），去掉指纹和灰尘。

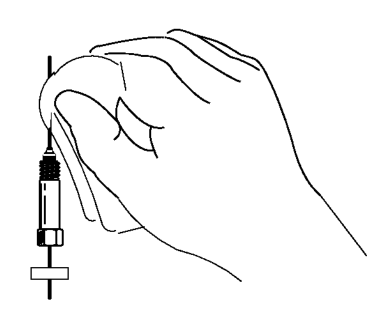


图 12 擦拭色谱柱

5 在毛细管柱的另一端重复该操作过程。

# 第 6 步 . 在进样口安装测试柱

下面的几页内容包含了在 6820 GC 的两个进样口安装测试柱的方法说明。请选择适用于您的 GC 的步骤。

老化色谱柱时只将色谱柱与进样口连接。这可避免从色谱柱中冲出的物质污染检测器。

旋转悬挂架上的色谱柱，以便使色谱柱末端从盘卷底部升高，并使色谱柱以流畅的曲线升高到进样口和检测器的接头处。如图 13 所示。避免色谱柱的任何部分跟柱箱内表面相接触。

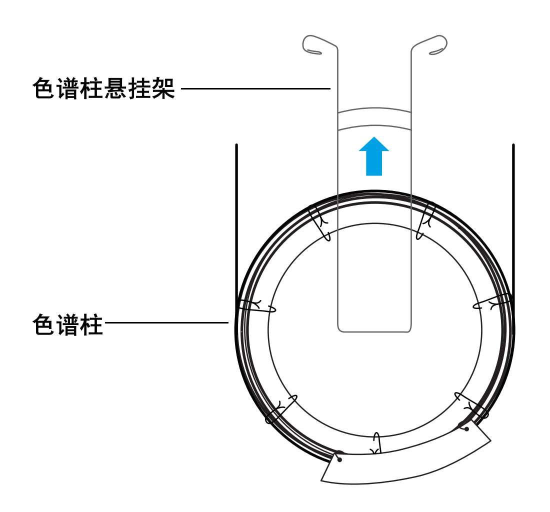



**图 13** 正确定位色谱柱

## 第 6a 步 . 将色谱柱与分流 / 不分流进样口连接

检查进样口在出厂时已经安装了衬管和插件。

### 需要的备件

柱螺帽和垫圈
管线切割器
1/4 英寸扳手
米尺

1 准备色谱柱。参阅第 49 页的介绍。

2 使色谱柱穿过垫圈伸出 4 — 6 mm （如图 14）。把隔垫向上滑到柱螺帽，以标记长度。

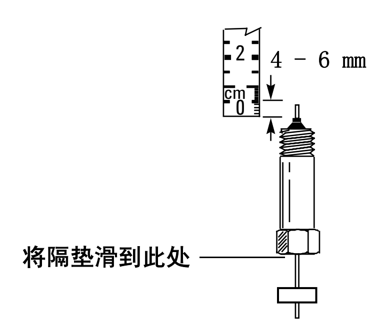



**图 14** 标记色谱柱

3 将柱插入进样口，把柱上的螺帽和垫圈向上滑到进样口底部。用手指拧紧柱螺帽直至柱被固定 （图 15）。

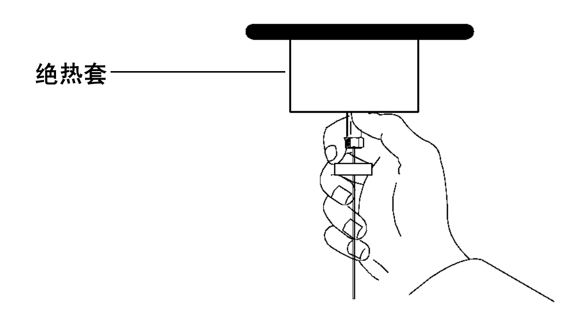



图 15 初步拧紧

4 调节色谱柱的位置，使柱上的隔垫正好在柱螺帽底部（图 16）。

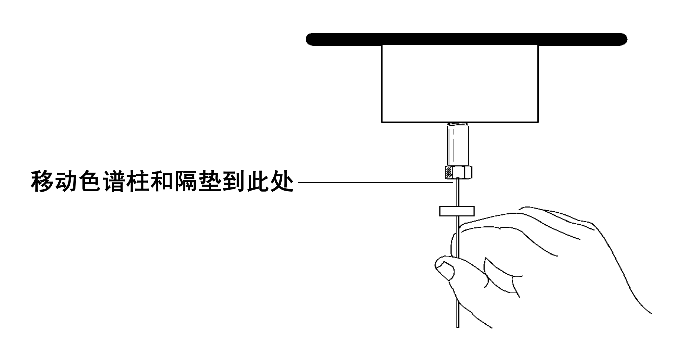



图 16 色谱柱定位

**5** 用扳手拧紧柱螺帽 1/4 到 1/2 圈，用轻微的力不能将色谱柱从接头上拉下来 （如图 17）。

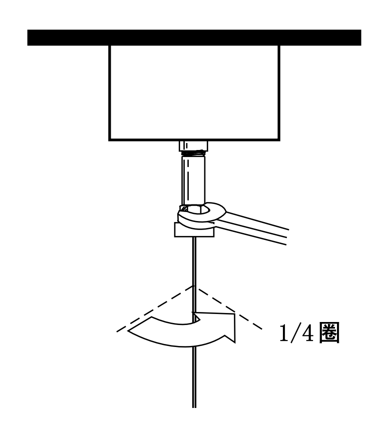



**图 17** 固定色谱柱

## 第 6b 步 . 将色谱柱与吹扫填充柱进样口连接

进样口在出厂时已经安装了测试用的衬管和插件。

如果没有安装绝热套，请从第 1 步开始；否则就从第 4 步开始。

### 需要的备件：

柱螺帽和垫圈
管线切割器
1/4 英寸扳手
米尺
绝热套
无孔垫圈

**1** 用无孔垫圈固定进样口接头 （图 18）。

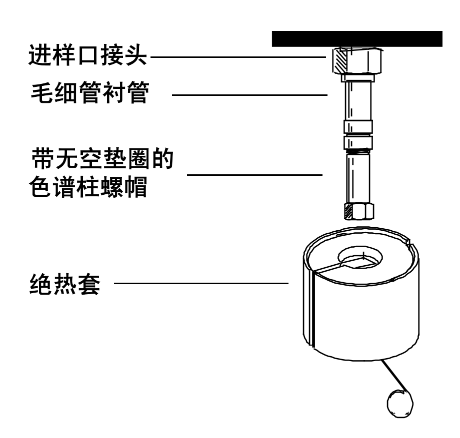



**图 18** 连接进样口

2 如果需要，就安装绝热套。向右推绝热套弹簧。把绝热套滑到进样口接头周围，以便绝热套顶部与柱箱顶部相接触 （图 19）。

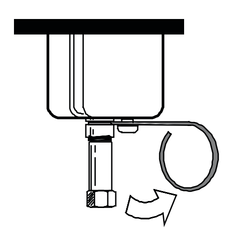


**图 19** 打开绝热套弹簧

3 把弹簧放入进样口衬管的凹槽。取下柱螺帽，并把无孔垫圈放在一边，如图 20 所示。

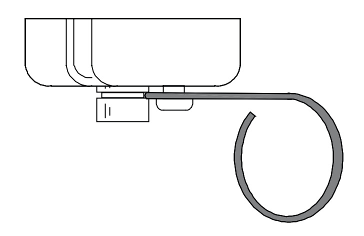


**图 20** 锁定绝热套

4 准备色谱柱。参阅第 49 页的介绍。

5 使色谱柱穿过螺帽伸出 1 — 2 mm （如图 21）。将隔垫向上滑到柱螺帽，以标记长度。

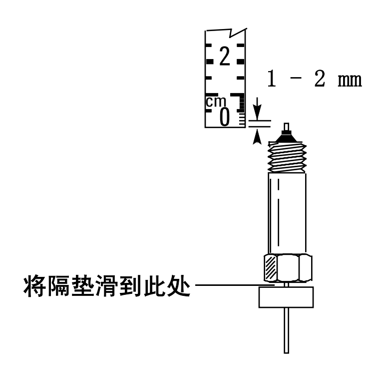



**图 21** 标记色谱柱

6 把色谱柱向上推 1 cm，将其导入进样口衬管。将螺帽和石墨圈沿柱滑向进样口衬管。调节色谱柱的位置，使柱上的隔垫恰好处于柱螺帽的底部 （图 22）。用手拧紧柱螺帽直至把柱固定。

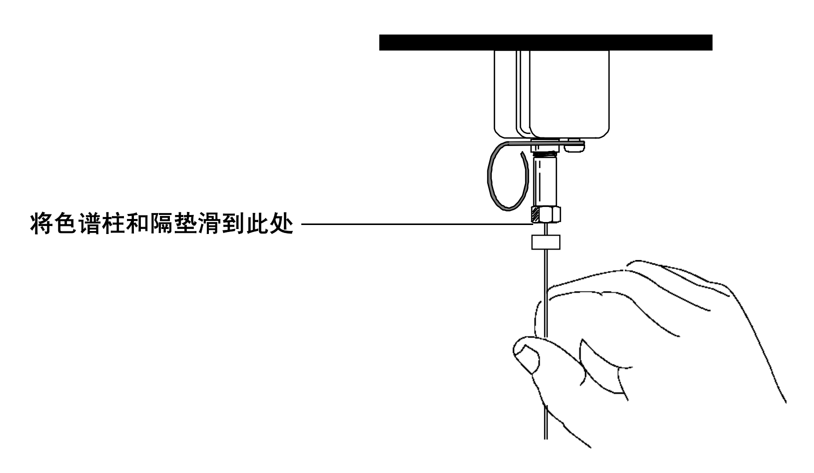



**图 22** 色谱柱定位

**7** 用扳手拧紧柱螺帽 1/4 到 1/2 圈，用轻微的力不能将色谱柱从接头上拉下来（图 23）。

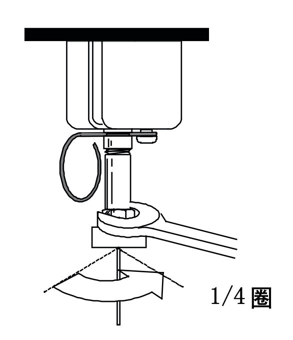



**图 23** 固定色谱柱

## 第 7 步 . 连接电源并启动 GC

1 确定电源开关处于关闭位置 （图 24）。

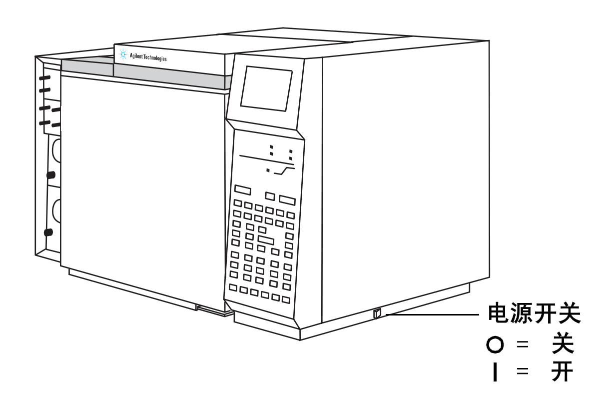



图 24　　电源开关位置

2 把电源线插入 GC 的后面 （图 25），另一端插入电源插座。开启 GC。

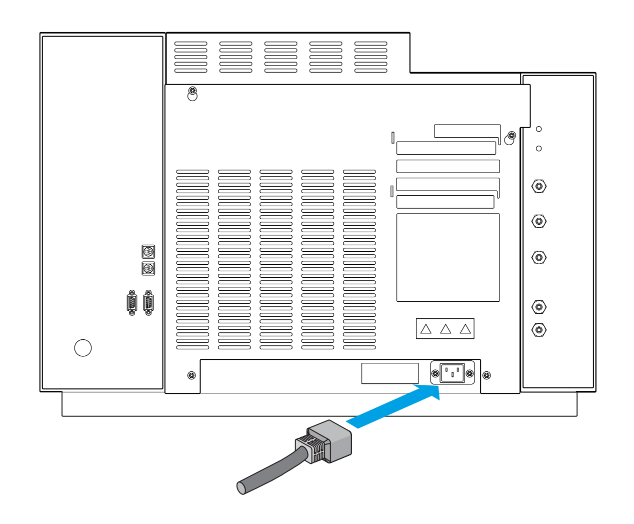


图 25　　电源线位置

3 自诊断程序自动测试运行状态。观察通过 / 失败信息，等待测试结束后按［**柱箱**］［**温度**］［**开**］按钮。

如果屏幕显示“**开机正常**”，关闭 GC 继续安装过程。

如果您没有看到该信息，关闭 GC 并与安捷伦维修部联系。

# 第 8 步 . 老化色谱柱

测试柱已安装在进样口上。此时*不*要把它连接到检测器上。

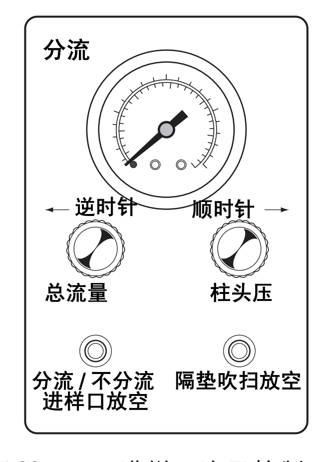
**注 意** 在老化色谱柱的过程中，挥发性杂质会从色谱柱中排出。如果它跟检测器相连就有可能污染检测器。

使用前必须老化色谱柱，以除去可能干扰测试分析的污染物。

**警 告** **不要使用氢气作载气来老化色谱柱。柱排出的气体进入柱箱可能会产生爆炸危险。**

## 设置柱老化参数

1 以逆时针方向旋开**总流量** （**Total Flow**）（分流 / 不分流进样口）或**载气流量** （**Carrier Flow**）（吹扫填充柱进样口）旋钮，以使载气通过色谱柱。如图 26 所示。



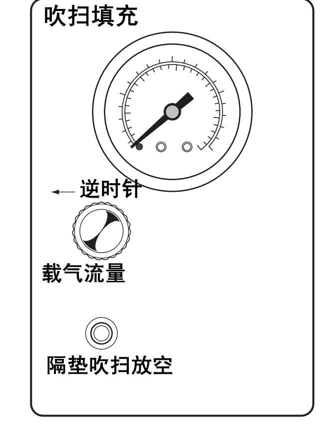




**图 26** 进样口流量控制

**注 意** 精确的流量对老化并不重要。我们建议把柱的空闲端插入水中，调节气体控制阀直到有连续的气泡产生。

**2** 用载气吹扫色谱柱至少 15 min。

**3** 吹扫完色谱柱后，设置进样口温度。

- **a** 按 ［**前进样**］或 ［**后进样**］。
- **b** 按 ［**2**］［**0**］［**0**］［**输入**］，进样口开始加热。

**小 心** 在老化色谱柱时，不要超过色谱柱的最高温度。测试色谱柱（部件号 125 - 1017）的最高温度为 300/320 °C。

**4** 设置柱箱温度。

- **a** 按 ［**柱箱**］。
- **b** 按 ［**5**］［**0**］［**输入**］。
- **c** 按［▼］将光标滚动至初始时间，然后按［**1**］［**0**］［**输入**］。
- **d** 将光标滚动至速率 1，然后 ［**5**］［**输入**］。
- **e** 将光标滚动至最终温度 1，然后按 ［**2**］［**7**］［**0**］［**输入**］。
- **f** 将光标滚动至最终时间 1，然后按 ［**9**］［**0**］［ **输入**］。

**5** 设定柱箱老化色谱柱大约 2 小时。

**6** 冷却柱箱。

- **a** 按 ［**柱箱**］。
- **b** 按 ［**2**］［**5**］［**输入**］。

**7** 在柱箱冷却时，可以关小载气流量。维持低流量的载气可以保护老化后的色谱柱不被空气中的污染物污染。

# 第 9 步 . 连接适当的电缆

电源 （图 24）和信号线 （图 27）接在仪器后面。别的电线可以稍后再接。

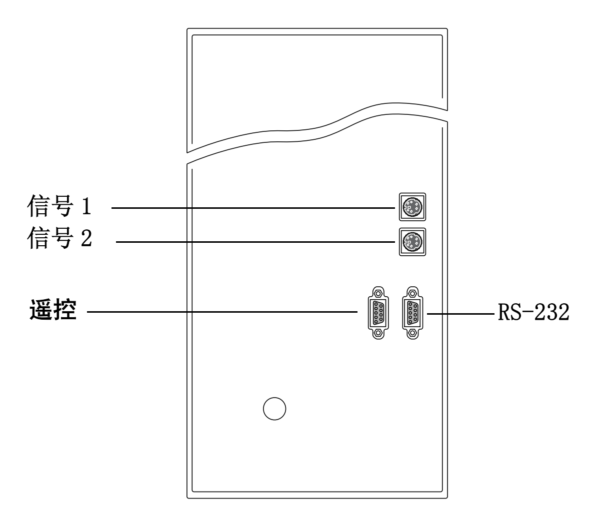



**图 27** GC 后面的电缆连接

每台 GC 都提供了三根电缆线：

- G1530-60600 RS-232 电缆 （传送两路信号）。
- 电源线。部件号取决于您所在的国家和电源选项。
- USB-RS232 转换线。

**警 告**

**此时不要把电源线跟 GC 或电源相接。这将避免给加热区域、柱箱风扇及电线所带来的意外危险。**

需要时这些电缆线必须单独订购：

- G1530-60570 模拟信号线，适用于安捷伦 3395B/3396C 积分仪（每个信号要用一根）。
- 03996-61010 遥控线，适合于安捷伦 3395B/3396C 积分仪。

- G1530-60560 通用模拟信号线 （每个信号要用一根）。
- 35900-60670 通用遥控线

另外，若 Cerity Chemical 计算机只有 USB 接口时，需要 USB 到 RS-232 的转接口 （部件号 8121-1013）。

## RS-232 电缆， G1530-60600

该电缆将 GC 信号输出连接到 Agilent Cerity Chemical 系统。见图 28。

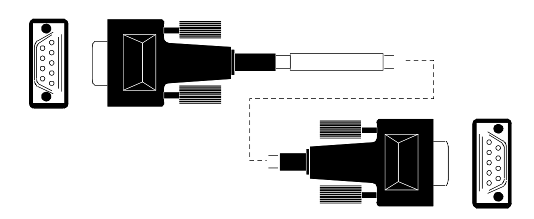


图 28　　RS-232 电缆

按照图 29 所示，将 RS-232 和转接口电缆与 GC 和计算机连接。

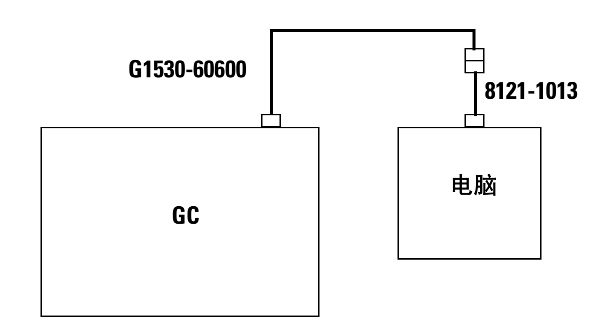



图 29　　将 GC 与 Cerity Chemical 计算机连接

如果您使用 Cerity Chemical 进行数据处理，一定要设置（或确认）RS-232 通讯参数。

1 按［**选项**］，换行至“**通讯信息**”，然后按［**输入**］。

2 滚动光标为每个 RS-232 设置参数。如果每个设置都如表 10 所示，请继续下面的设置。否则，按［**模式**］以浏览可用的设定值，并选择与表相符合的新值。

**表 10** RS-232 通讯参数及默认值

| 参数 | 适用于 Cerity Chemical 的默认值 |
| --- | --- |
| 波特率 | 19200 |
| 握手协议 | HW (UART) |
| 奇偶校验 | 无 |
| 数据位 | 8 |
| 停止位 | 1 |
| 结束命令 | LF |

## 安捷伦模拟信号线，G1530-60570

把 GC 的两个信号输出端与安捷伦 3395B/3396C 积分仪和安捷伦 35900C/D/E 模 / 数转换接口连接。如图 30 所示。

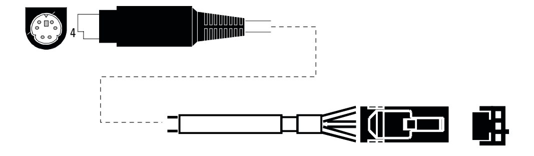


**图 30** 安捷伦模拟信号线

## 安捷伦遥控开始 / 停止电缆，03396-61010

遥控开始 / 停止电缆用于两个或多个仪器的同步过程。例如，可以把一个积分仪和 GC 相接，从而每台仪器上的 ［**开始**］ **/** ［**停止**］ 按钮都可控制两台仪器。用遥控电缆您最多可以使 10 台仪器同步操作。如图 31 所示。

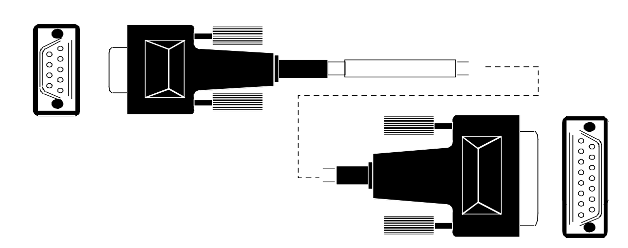


**图 31**　　安捷伦遥控开始 / 停止电缆

## 通用的模拟信号电缆，G1530-60560

向记录仪提供 0 V 到＋ 1mV 的输出，对于数据处理系统提供 -10 mV 或者 -100 mV 到 10 V 的信号。如图 32 和表 11。

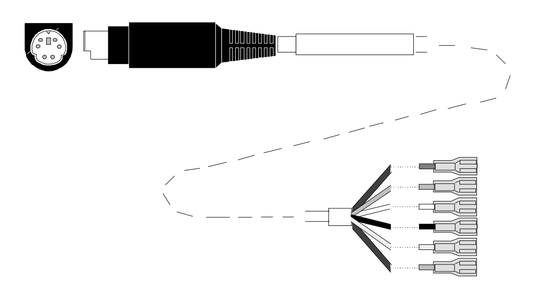


**图 32**　　通用的模拟信号电缆

**表 11**　　电缆引线，通用的模拟信号电缆

| **电线颜色** | **信号名称** |
| --- | --- |
| 棕色 | 0 至 1 mV(–) |
| 白色 | 0 至 1 V, 0 至 10 V(–) |
| 红色 | 0 至 1 mV(+) |

表 11　　电缆引线，通用的模拟信号电缆 （续）

| 电线颜色 | 信号名称 |
| --- | --- |
| 黑色 | 1 V(+) |
| 蓝色 | 10 V(+) |
| 橙色 | 接地线 |

## 通用的遥控开始 / 停止电缆，35900-60670

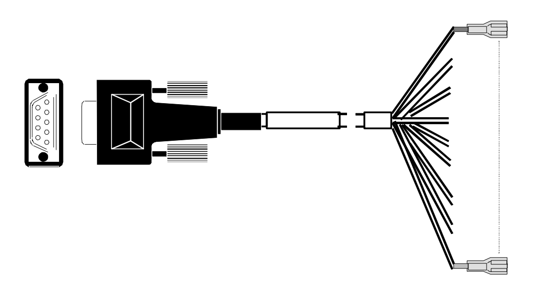


图 33　　通用的遥控开始 / 停止电缆

表 12　　电缆引线，通用的遥控开始 / 停止电缆

| 电线颜色 | 信号称号 |
| --- | --- |
| 黑色 | 接地线 |
| 白色 | 预备 （低电压启动线） |
| 红色 | 开始 （低电压启动线） |
| 绿色 | 开始继动器 |
| 棕色 | 开始继动器 |
| 蓝色 | 无连接 |
| 橙色 | 准备 （高电压启动输入） |
| 黄色 | 停止 （低电压启动线） |

表 12　电缆引线，通用的遥控开始 / 停止电缆 （续）

| 电线颜色 | 信号称号 |
| --- | --- |
| 紫色 | 没有连接 |

## 安捷伦积分仪信号输入

安捷伦 3396 积分仪上模拟信号和 RS-232 信号连接的位置如图 34 所示。

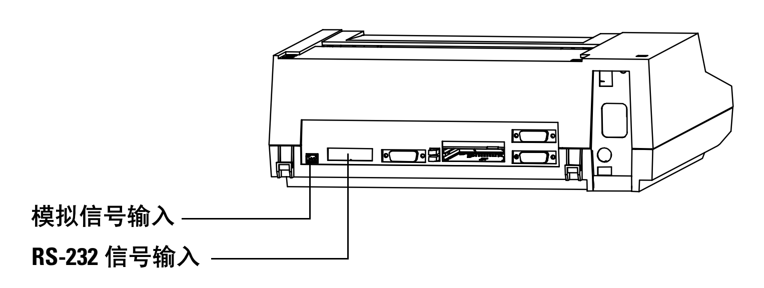



**图 34** 3396 积分仪的信号连接

# 第 10 步 . 将测试柱与检测器连接

在检测器上安装色谱柱的操作说明取决于检测器的类型。

- 对于 FID 或 NPD，参阅第 72 页上的 “第 10a 步 . 将色谱柱与 FID 或 NPD 连接”。
- 对于 TCD，参阅第 74 页上的 “第 10b 步 . 将色谱柱与 TCD 连接”。
- 对于 ECD，参阅第 76 页上的 “第 10c 步 . 将色谱柱与 ECD 连接”。

## 第 10a 步 . 将色谱柱与 FID 或 NPD 连接

检测器在出厂时已安装了正确的衬管。

1 在色谱柱上安装一个柱螺帽和一个 1.0 mm 内径的垫圈。

   该操作可能会污染柱末端。依照本书第 49 页上的“第 5 步 . 准备测试柱”的说明来准备干净的柱末端。

2 其他的操作过程请参阅图 35。轻轻地把柱尽可能插入检测器（大约 40 mm）中直到其底部。不要试图强行插入柱。

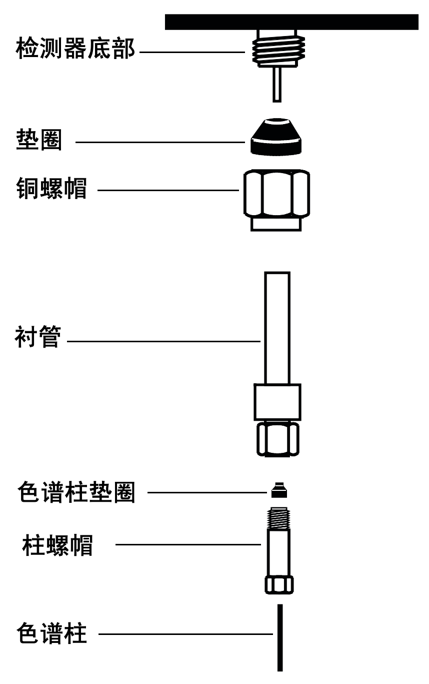



**图 35** 在 FID 或 NPD 上安装测试柱

3 用手指拧紧柱螺帽，将柱拉出大约 1 mm，并用扳手将螺帽再拧紧 1/4 圈。

4 在柱螺帽处检测安装是否漏气。如果需要，进一步拧紧接头，直到不漏气为止。

**小 心**

检漏液经常会留下污染性的残余物。每次检漏后，都用甲醇清洗该区域，然后挥发干净。

## 第 10b 步 . 将色谱柱与 TCD 连接

1 装配毛细管柱接头组件。如图 36。

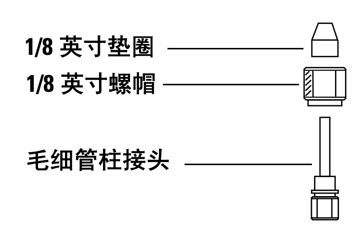



图 36 装配毛细管柱接头组件

2 在检测器接头上安装接头组件，并有手指拧紧。
3 用扳手拧紧固定。
4 准备色谱柱。参阅本书第 49 页上的 “第 5 步 . 准备测试柱” 。
5 将柱插入检测器底部。不要强行插入。
6 在柱上将螺帽和垫圈滑向接头并用手拧紧。
7 将柱拉出 1 mm。如图 37 所示。用扳手将螺帽再拧紧 1/4 圈，柱应不能移动。

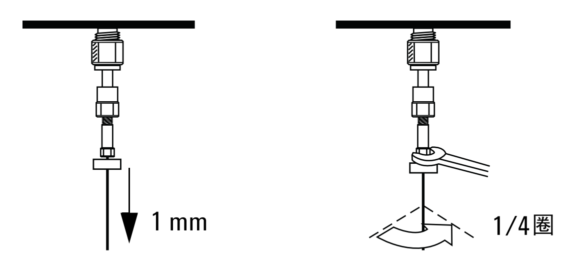



图 37 拉出色谱柱并拧紧柱螺帽

8 在柱螺帽处检测安装是否漏气。如果需要，进一步拧紧接头，直到不漏气为止。

**小 心**

检漏液体经常会留下污染性的残余物。每次检漏后，都用甲醇清洗该区域，然后挥发干净。

## 第 10c 步 . 将色谱柱与 ECD 连接

检测器上正确的衬管，尾吹气接头和尾吹气接头衬管已在出厂时已安装好。

用图 38 作为连接指导：

1 在色谱柱上安装一个柱螺帽和一个 1.0 mm 内径的垫圈。

   该操作可能会污染柱末端。依照本书第 49 页上的 “第 5 步 . 准备测试柱” 的说明来准备干净的柱末端。

2 将色谱柱轻轻插入到检测口，直接接触到检测口低部，不要强行插入。

3 在柱上将螺帽和垫圈滑向接头并用手宁紧。

4 将柱拉出 1 mm。如图 38。用板手将螺帽再拧紧 1/4 圈，柱应不能移动。

**注 意** 若柱子口径小于 0.20 mm，请参考 6820 用户信息光盘中的*维护与故障排除*手册。

5 在柱螺帽处检测安装是否漏气。如果需要，进一步拧紧接头，直到不漏气为止。

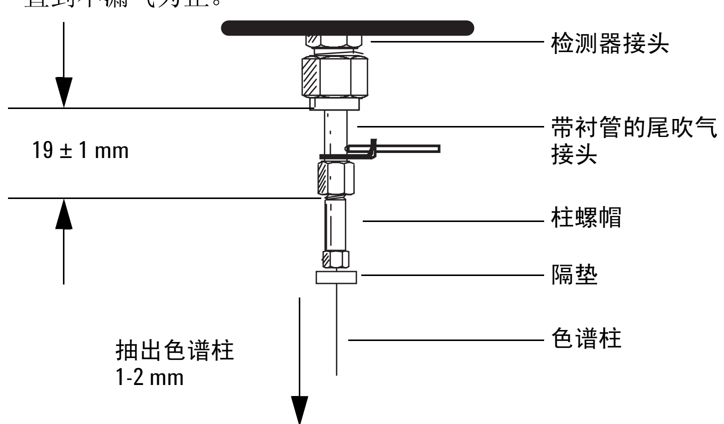



**图 38** 在 ECD 安装测试柱

**小 心** 检漏液体经常会留下污染性的残余物。每次检漏后，都用甲醇清洗该区域，然后挥发干净。

# 5
# 检验性能



为了检验 GC 的性能，请按本章的介绍分析针对检测器类型的样品混合物。

如果您有两个检测器，请用第二个进样口和检测器重复该实验过程。



# 工具与消耗品

需要下列的工具和样品来检验 GC 的性能：

- 测试柱：DB-1， 15m × 0.53mm × 0.5 μm，部件号：125-1017
- 测试样品
  - 对于 FID, 18710-60170
  - 对于 TCD, 18710-60170
  - 对于 ECD, 18713-60040
  - 对于 NPD, 18789-60060
- 10 μl 进样器

# 第 11 步 . 设置测试条件

## 检测器流量

如果按第 44 页的“建议开始时的气源压力值” 和第 45 页的“内部压力表设置” 所述来设置气体压力，就会得到 （接近）这些表中给定的流量。可以使用电子流量计或皂膜流量计来测试气体流量。测试流量细节请参阅 6820 用户信息光盘中的 *《6820 系统的操作》*手册。

图 39 显示了 FID 流量控制模块的前面板。

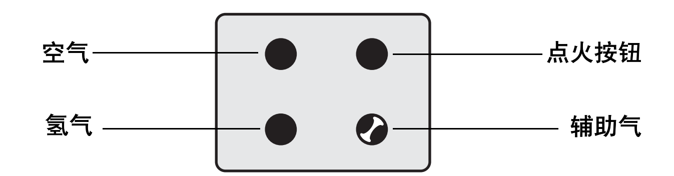



**图 39** 流量控制模块

**空气**和**氢气**是实心控制旋钮，它们是开 / 关阀，不适合进行微调。使用内部压力表来控制空气和氢气的流量。

**辅助气** （**AUX Gas**）在开 / 关旋钮里面有个用螺丝刀调节的螺钉。用该旋钮作为开 / 关控制，用压力表进行流量的粗调，而用螺丝刀进行微调。

TCD 流量控制模块的**参比气**和**辅助气**均有微调，而 ECD 的流量控制模块则没有微调。

## 点燃 FID 火焰

设置完检测器气体流量后，按住流量控制模块上的 **“点火器（Ignitor）”**按钮。火焰点着时，应该听到柔和的 “噗” 声。

在检测器的放空口上方面用表面光亮的物体 （如扳手）来确认火焰是否点着。如果火焰燃烧，就会有蒸汽在扳手上凝结。

## 载气流量

下面几页的测试条件表给出了要达到所需载气流量的建议压力。这些都是很好的起始设定值，可能非常适合本目的。

## 输入测试方法设定值

GC 由温度、时间、信号选择等等参数组成的一组数据控制，这些数据的集合被称为设定值。如何输入设定值取决于是否使用 Cerity Chemical 来控制仪器和数据分析，或是否使用配有一台积分仪的单机模式。

### 用 Cerity Chemical 运行

如果使用 Cerity Chemical 软件，就要安装它。它将会设置大部分 GC 的设定值。在 6820 用户信息光盘上的*操作*手册中查阅以下信息：

- 如何使用配备 Cerity Chemical 的 GC
- 如何设定流量
- 如何用 Cerity Chemical 来运行分析

然后参考 Cerity Chemical 软件附带的在线信息以学习如何使用该软件控制 GC 进行样品分析。

### 使用积分仪

如果使用带有积分仪的 GC，应该用 GC 键盘来设置条件。

输入或改变一个设定值：

1 按键盘上部的一个蓝色键（例如 [**前进样**]）。一系列相关的设定值就会在屏幕上显示出来。
2 如果显示列表中含有多个设定值，在右边的光标（<）将指向其中的一个。使用▲和▼键移动光标到您想改变的设定值。
3 键入一个新设定值，按 [**输入**] 确认修改。
4 继续该过程直到所有的设定值都正确。

例如，设置前进样口的温度为 250°C，柱箱初始温度为 110°C，保持 1 min：

1 按 [**前进样**]。该进样口设定值以列表显示。
2 由于该表只有一个条目，光标就在其位置。键入 [**2**] [**5**] [**0**]，按 [**输入**]。
3 按 [**柱箱**]。柱箱设定值以列表显示。
4 该表包含几个条目。如果需要，按▲或▼键来移动光标指向 [**初始温度**] 行。
5 键入 [**1**] [**1**] [**0**]，按 [**输入**]。
6 移动光标至 [**初始时间**] 行。
7 键入 [**1**]，按 [**输入**]。
8 三个设定值已经输入。

在 6820 用户信息光盘上的 *6820 操作*手册中查阅以下信息：

- 如何设定流量
- 如何设置程序温度
- 如何进行分析

然后参阅伴随积分仪附带的说明。

## FID 的测试条件

按表 13 所示设置 GC 条件。参阅第 81 页的设定值输入举例。

**表 13** FID 的测试条件

| | |
|---|---|
| **色谱柱** | DB-1， 15 m × 0.53 mm × 0.5 mm，部件号 125-1017 |
| **样品** | 1μl 的 FID 测试样， 18710-60170 |
| **进样口** | 吹扫填充柱或分流 / 不分流进样口 |
| 温度 | 250 °C |
| 初始压力 | 80 °C 的条件下， 对于 20 mL/min 氦气， 压力为 0.053 MPa （7.7psi）， 或者对于 20 mL/min 氢气， 压力为 0.052 MPa （7.2 psi） |
| 模式 （分流 / 不分流） | 不分流 |
| 吹扫时间 （分流 / 不分流） | 0.75 min |
| 吹扫流量 （分流 / 不分流） | 60 mL/min |
| **检测器** | FID |
| 温度 | 300 °C |
| 氢气流量 | 30 mL/min |
| 空气流量 | 400 mL/min |
| 尾吹气流量 | 10 mL/min 氮气 |
| 点火补偿 （Offset） | 低于 30 pA |
| **柱箱** | |
| 初始温度 | 80 °C |
| 初始时间 | 0 min |
| 升温速率 | 15 °C /min |
| 最终温度 | 180 °C |
| 最终时间 | 2 min |

## TCD 的测试条件

按表 14 所示设置 GC 条件。参阅第 81 页的设定值输入举例。

**表 14** TCD 的测试条件

| | |
|---|---|
| **色谱柱** | DB-1， 15 m × 0.53 mm × 0.5 mm，部件号 125-1017 |
| **样品** | 1µl 的 FID 测试样， 18710-60170 |
| **进样口** | 吹扫填充柱或分流 / 不分流进样口 |
| 温度 | 250 °C |
| 初始压力 | 80 °C 条件下，对于 20 mL/min 氦气，压力为 0.052 MPa （7.7 psi），或者对于 20 mL/min 氢气，压力为 0.029 MPa （4.2 psi） |
| 模式 （分流 / 不分流） | 不分流 |
| 吹扫时间 （分流 / 不分流） | 0.75 min |
| 吹扫流量 （分流 / 不分流） | 60 mL/min |
| **检测器** | TCD |
| 温度 | 300 °C |
| 参比气流量 | 30 mL/min |
| 补充气流量 | 2 mL/min |
| 基线补偿 （Offset） | 低于 40 个显示计数值 |
| **柱箱** | |
| 初始温度 | 80 °C |
| 初始时间 | 0 min |
| 升温速率 | 15 °C /min |
| 最终温度 | 180 °C |
| 最终时间 | 2 min |

## ECD 的测试条件

按表 15 所示设置 GC 条件。参阅第 81 页的设定值输入举例。

**表 15** ECD 的测试条件

| | |
|---|---|
| **色谱柱** | DB-1， 15 m × 0.53 mm × 0.5 mm，部件号 125-1017 |
| **样品** | 1μl 的 ECD 测试样， 18713-60040 |
| **进样口** | 隔垫吹扫填充柱或分流 / 不分流进样口 |
| 温度 | 250 °C |
| 初始压力 | 80 °C 条件下，对于 20 mL/min 氮气，压力为 0.049 MPa （7.2 psi） |
| 模式 （分流 / 不分流） | 不分流 |
| 吹扫时间 （分流 / 不分流） | 0.75 min |
| 吹扫流量 （分流 / 不分流） | 60 mL/min |
| **检测器** | ECD |
| 温度 | 300 °C |
| 尾吹 + 阳极气流量 | 氮气 33 mL/min |
| 基线补偿 （Offset） | 低于 400 显示计数值 |
| **柱箱** | |
| 初始温度 | 80 °C |
| 初始时间 | 0 min |
| 升温速率 | 15 °C /min |
| 最终温度 | 180 °C |
| 最终时间 | 2 min |

## NPD 的测试条件

按表 16所示设置 GC 条件。参阅第 81 页的设定值输入举例。

表 16　　NPD 的测试条件

| | |
|---|---|
| **色谱柱** | HP-5MS， 30 m x 0.32 mm x 0.25 µm，部件号： 19091S-413 |
| **样品** | 1 µL 的 NPD 测试样， 18789-60060 |
| **进样口** | 隔垫吹扫填充柱或分流 / 不分流进样口 |
| 温度 | 200 °C |
| 初始压力 | 60 °C 时， 7 mL/min 流量， 压力为 0.172 MPa (25 psi) |
| 模式 （分流 / 不分流） | 不分流 |
| 吹扫时间 （分流 / 不分流） | 0.75 min |
| 吹扫流量 （分流 / 不分流） | 60 mL/min |
| **检测器** | 氮磷检测器 |
| 温度 | 300 °C |
| 尾吹 + 柱流量 | 10 mL/min （推荐用氮气） |
| 基线补偿 (Offset) | 30 pA |
| $H_2$ | 3 mL |
| 空气 | 60 mL |
| **柱箱** | |
| 初始温度 | 60 °C |
| 初始时间 | 0 min |
| 升温速度 | 20 °C/min |
| 最终温度 | 200 °C |
| 最终时间 | 4 min |

# 第 12 步 . 分析测试样品

1 按前面几页所述输入设定值。
2 等待 [**未就绪**] 灯熄灭。

## 准备样品

1 在样品瓶颈部刻划，快速打开样品瓶。
2 立即将样品转移到有螺纹口或类似的样品瓶中，避免样品挥发。

## 注射器取样

1 把针尖插入样品，抽入的样品量约为注射器容量的 1/2。
2 在注射器中可能会有空气气泡。上下推拉针芯 （针尖仍在样品中）以排除气泡。
3 从样品中提出注射器，调整样品量至 1 μl 刻度。

## 进样

尽可能深地把注射器针插入隔垫，并立即按下针芯，再从隔垫中拔出针，然后按 [**开始**] 键。 GC 开始运行，并在达到**最终时间**时自动停止。

注 意

如果已安装遥控开始 / 停止电缆，就可按 GC 或积分仪上的 [**开始**] 键， 或在 Cerity Chemical 上按 [**开始**]。

对于积分仪，若已经连接遥控线，也可按积分仪上的 [**开始**] 键; 否则， 须同时按 GC 和积分仪上的 [**开始**] 键。

## 第 13 步 . 将结果与参考色谱图比较

这些页中所示的色谱图，都是在使用测试柱、测试样品及本章所列的条件下，针对这些检测器得到的典型图。

您的色谱图将会有差异，特别在保留时间上，但是峰的相对位置、峰的大小及形状应与这些示例类似。

如果您的色谱图跟这里所示的例子合理匹配， GC 就可以使用了。

# 典型的 FID 测试色谱图

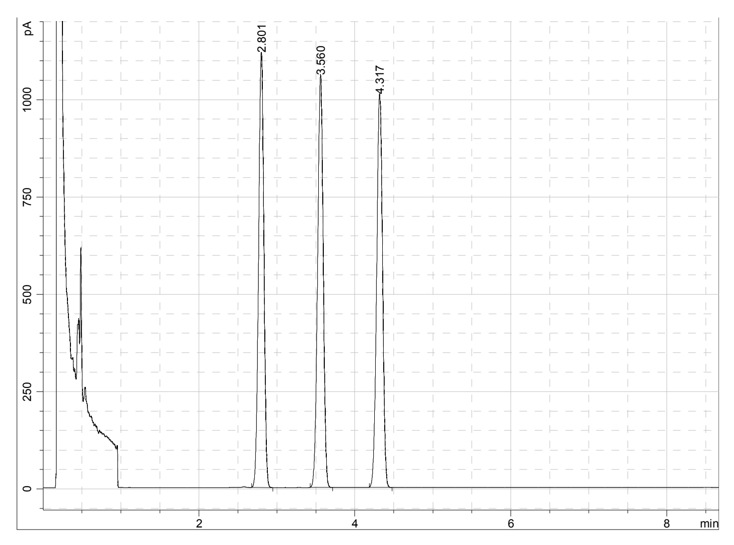



图 40　FID，不分流进样

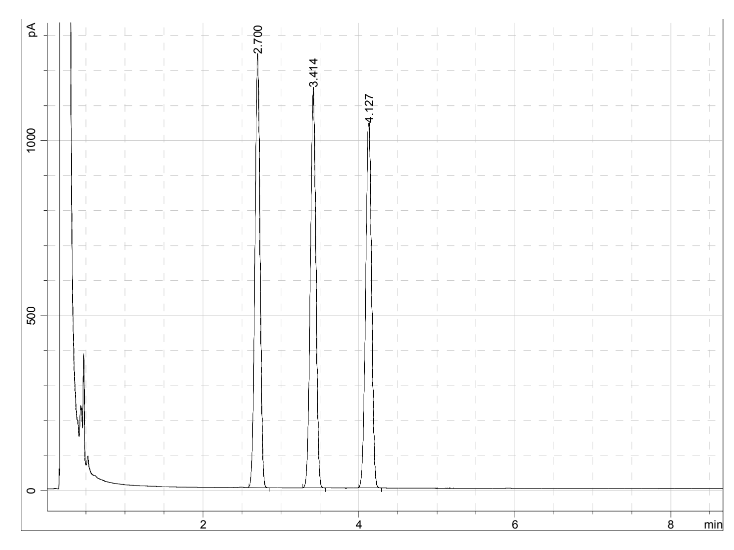



图 41　FID，吹扫填充柱进样口进样

## 典型的 TCD 测试色谱图

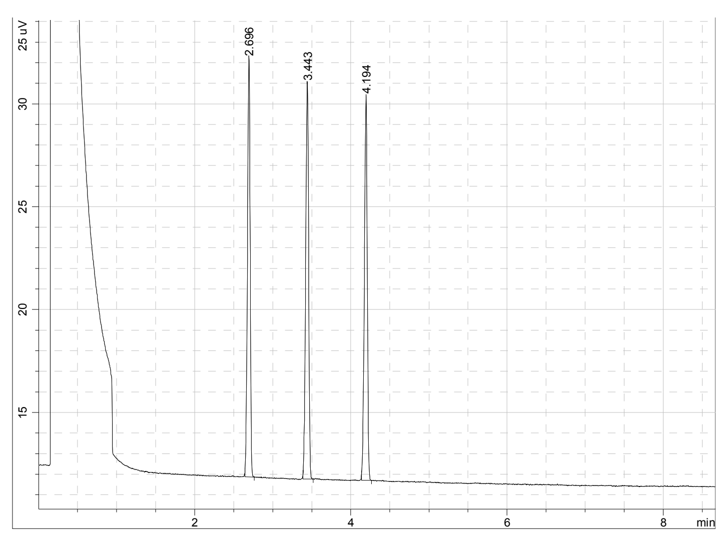



**图 42** TCD，不分流进样

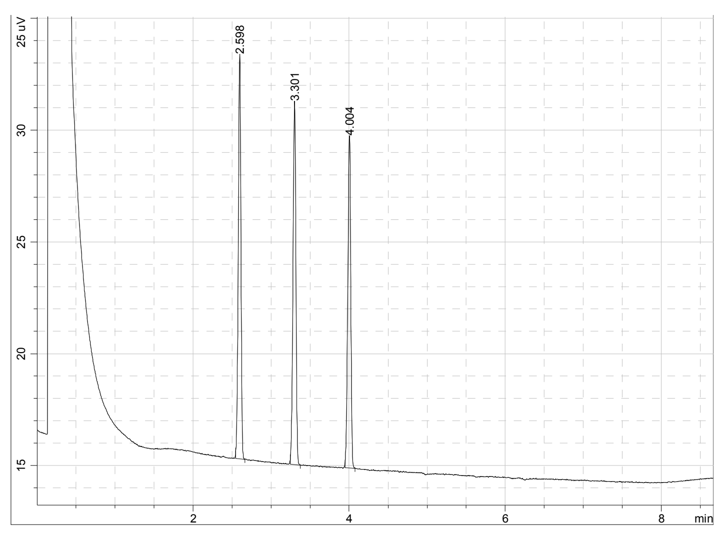



**图 43** TCD，吹扫填充柱进样口进样

# 典型的 ECD 测试色谱图

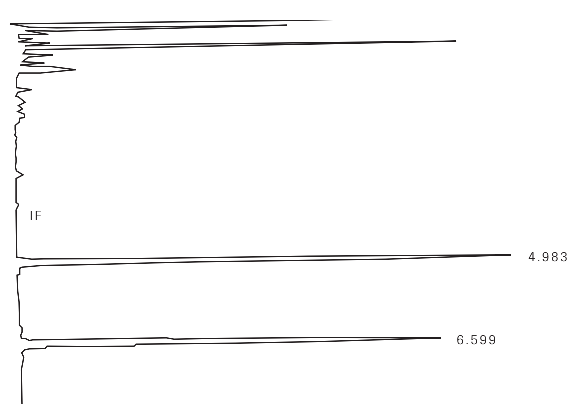



**图 44** ECD，不分流进样

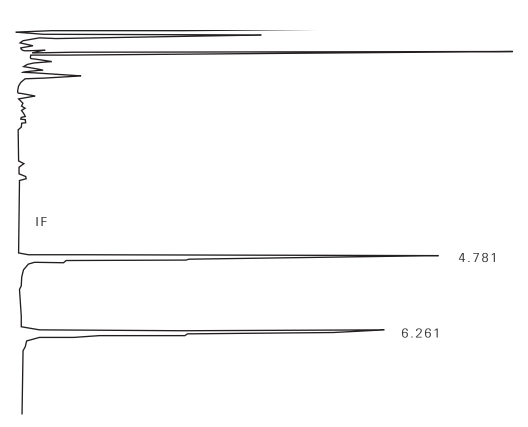



**图 45** ECD，吹扫填充柱进样口进样

## 典型的 NPD 测试色谱图

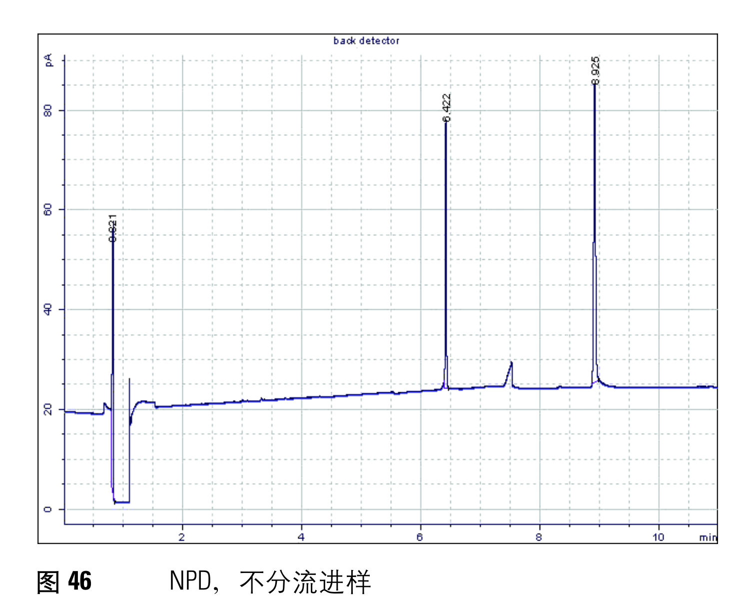
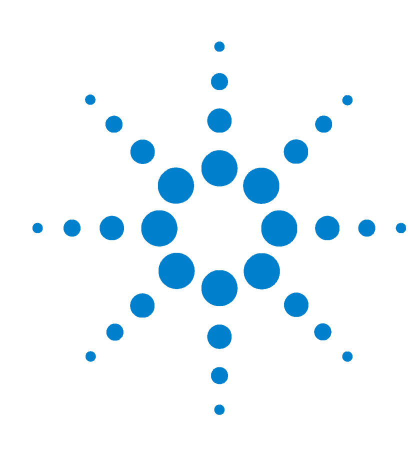



**图 46** NPD，不分流进样



# 附录 A
# Swagelok 连接



气源管线上带有一个 Swagelok 接头。如果您不熟悉 Swagelok 连接，请参阅下面的步骤。

# 如何进行 Swagelok 连接

### 目的

实现管路的无漏连接 , 并可在不损坏接头的情况下断开连接。

### 需要的备件：

- 1/8 英寸 （或 1/4 英寸，如果需要）预处理过的铜管
- 1/8 英寸 （或 1/4 英寸，如果需要） Swagelok 螺帽
- 前后压环垫圈
- 两个 7/16 英寸 （用于 1/8 英寸螺帽）或 9/16 英寸 （用于 1/4 英寸螺帽）的扳手

1 按图 47 所示，在管子上安装一个 Swagelok 螺帽、后压环垫圈和前压环垫圈。

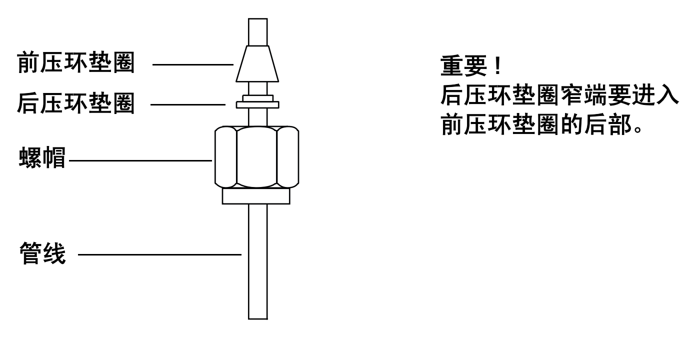



图 47　　Swagelok 螺帽和垫圈

2 在台钳上夹紧不锈钢插头或类似接头。

**小 心**　在台钳中用一单独的不锈钢接头开始拧紧螺帽。不要使用进样口或检测器接头。需要用力拧紧，以使压环垫圈固定在合适的位置上。若对进样口或检测器的接头造成毁坏，其维修费用很高。

3 将管线插入不锈钢接头中 （图 48）。

4 确保前压环垫圈与不锈钢插头接触。把 Swagelok 螺帽滑过前压环垫圈并拧紧在不锈钢接头上。

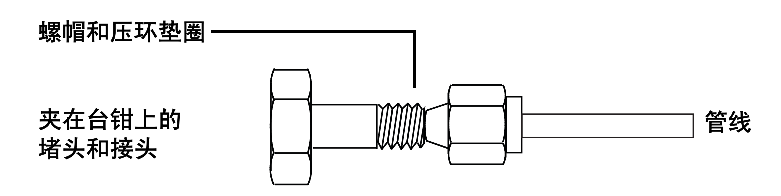



图 48　　装配接头

5 管线完全推入插头，然后向后拉大约 1-2 mm （图 49）。

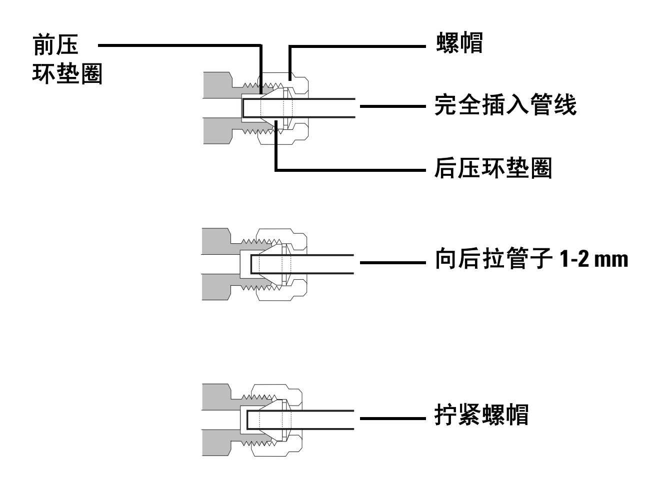



图 49　　插入管线

6 用手拧紧螺帽。

7 在螺帽上用铅笔作标记 （如图 50）。

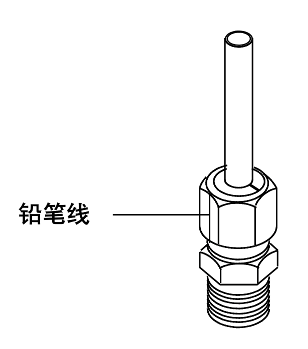



图 50　　在接头上作标记

8 **对于 1/8 英寸的 Swagelok 接头**，用一对 7/16 英寸的扳手拧紧 3/4 圈 （图 51）。
**对 1/4 英寸的 Swagelok 接头**，用一对 9/16 英寸的扳手拧紧 1-1/4 圈 （图 51）。

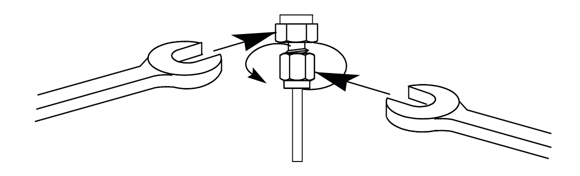


图 51　　最后拧紧

9 从接头取下插头。用螺帽、垫圈连接管线的另一端，用手拧紧螺帽，然后用扳手拧紧 3/4 圈 （1/8 英寸接头）或 1-1/4 （1/4 英寸接头）圈。

10 图 52 所示为正确的或错误的 Swagelok 接头连接。注意，在正确的 Swagelok 接头中管线末端没有被压碎也不会影响垫圈的密封作用。

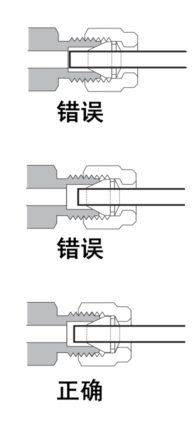



图 52 完整的接头

# 使用 Swagelok 三通接头

为了从同一气源向多个气路供应气体，要使用 Swagelok 三通接头。

**注 意**

不要把气动阀的气路和火焰离子化检测器的气路连接在一起，因为阀的动作会导致检测器信号中的明显波动。

### 需要的备件：

- 1/8 英寸预处理过的铜管
- 管线切割器
- 1/8 英寸 Swagelok 螺母及前后压环垫圈
- 1/8 英寸 Swagelok 三通接头
- 两个 7/16 英寸扳手
- 1/8 英寸 Swagelok 螺帽 （可选件）

1 在需要安装三通接头的地方切断管线。用一个 Swagelok 接头连接管线和三通接头。见图 53。

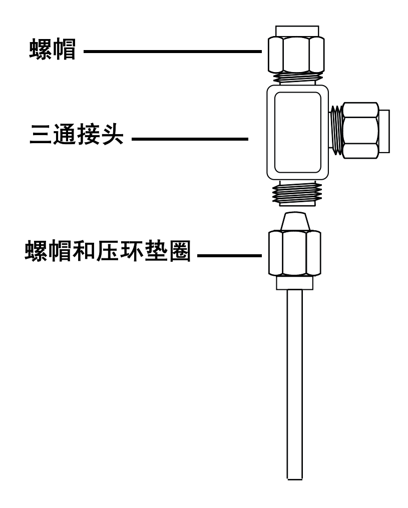
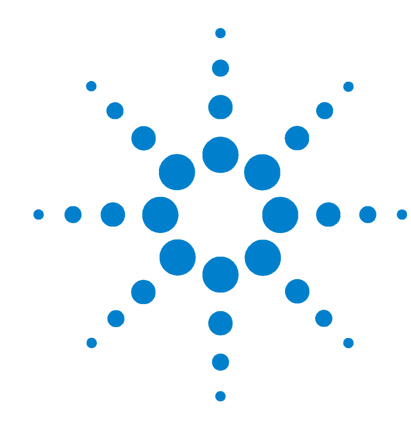



**图 53** Swagelok 三通接头

2 测量从三通接头到 GC 进样口的距离。 Swagelok 接头将铜管连接到三通接头未封上的一端。







# 附录 B
# 出厂的气路连接



在后面板上和 GC 左侧内部的气路连接件上，气体管线的连接取决于已安装的检测器类型。

本附录介绍工厂标准气路连接设计 — 当您开箱时可能看到的 GC 的气路连接。上面的配置是按**前检测器 / 后检测器格**式列出的，并带有页码索引。

如果需要附加的流量控制，可以购置一只或两只 0.7 Mpa（100 psi）带有刻度和开关阀的压力表，它们是附件 G4322A 和 G4323A。

还需要注意：

- FID 的流量控制模块包含了一用于尾吹气 （AUX）的可调节限流器。
- TCD 的流量控制模块包含了用于参比气和尾吹气 （AUX）的可调节限流器。
- ECD 的流量控制模块没有可调节的限流器。流量完全由压力控制。

# FID

图 54 表示安装一个 FID 的出厂配置。

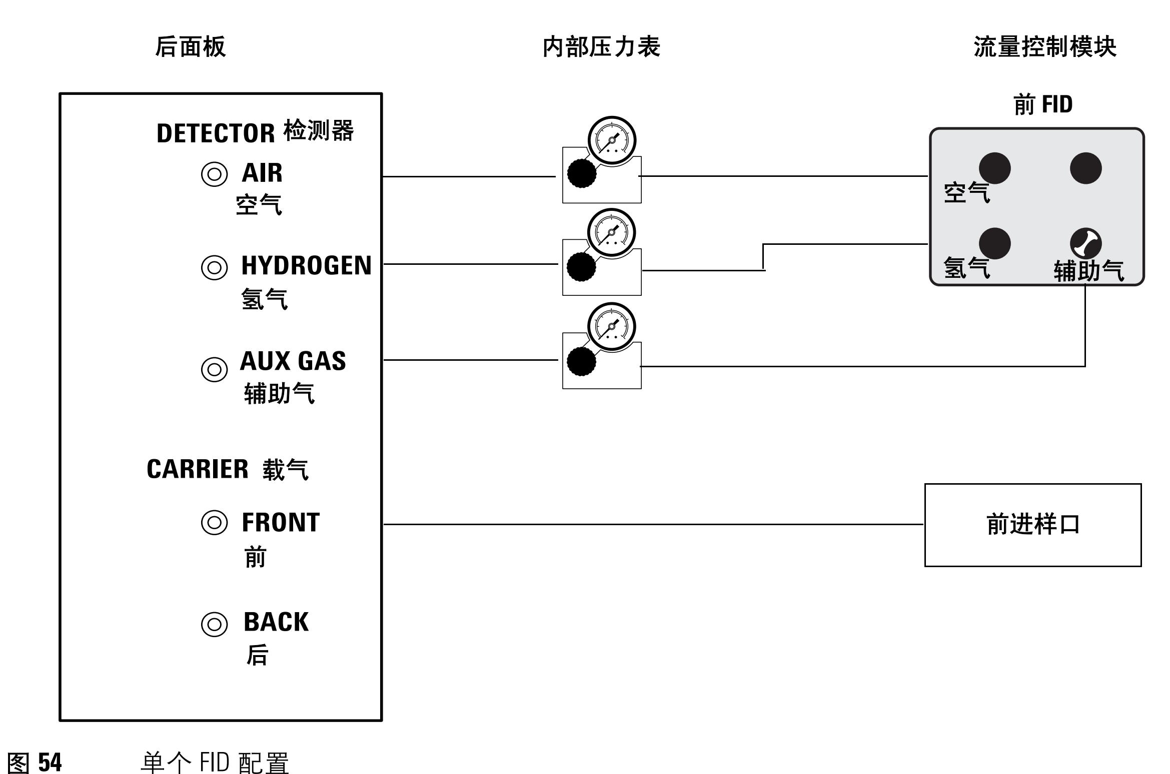



**图 54** 单个 FID 配置

## 安装注意

- 如果使用氢气作为载气，您必须提供氮气为辅助气。

# FID / FID

图 55 表示安装两个 FID 的出厂配置。

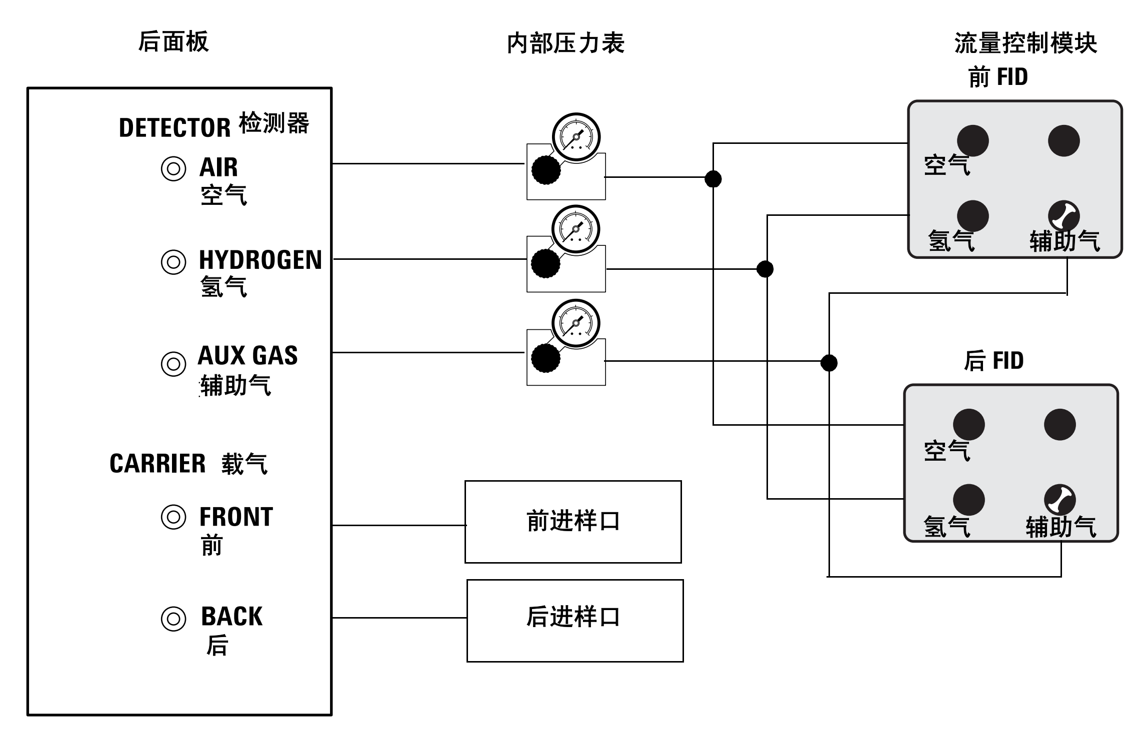



图 55　　双 FID 配置

## 安装注意

- 如果使用氢气作为载气，必须提供氮气为辅助气。
- 如果两个进样口使用同一种载气，就要在仪器*外部*用三通接头将两路载气管连接。

# TCD

图 56 表示安装一个 TCD 的出厂配置。

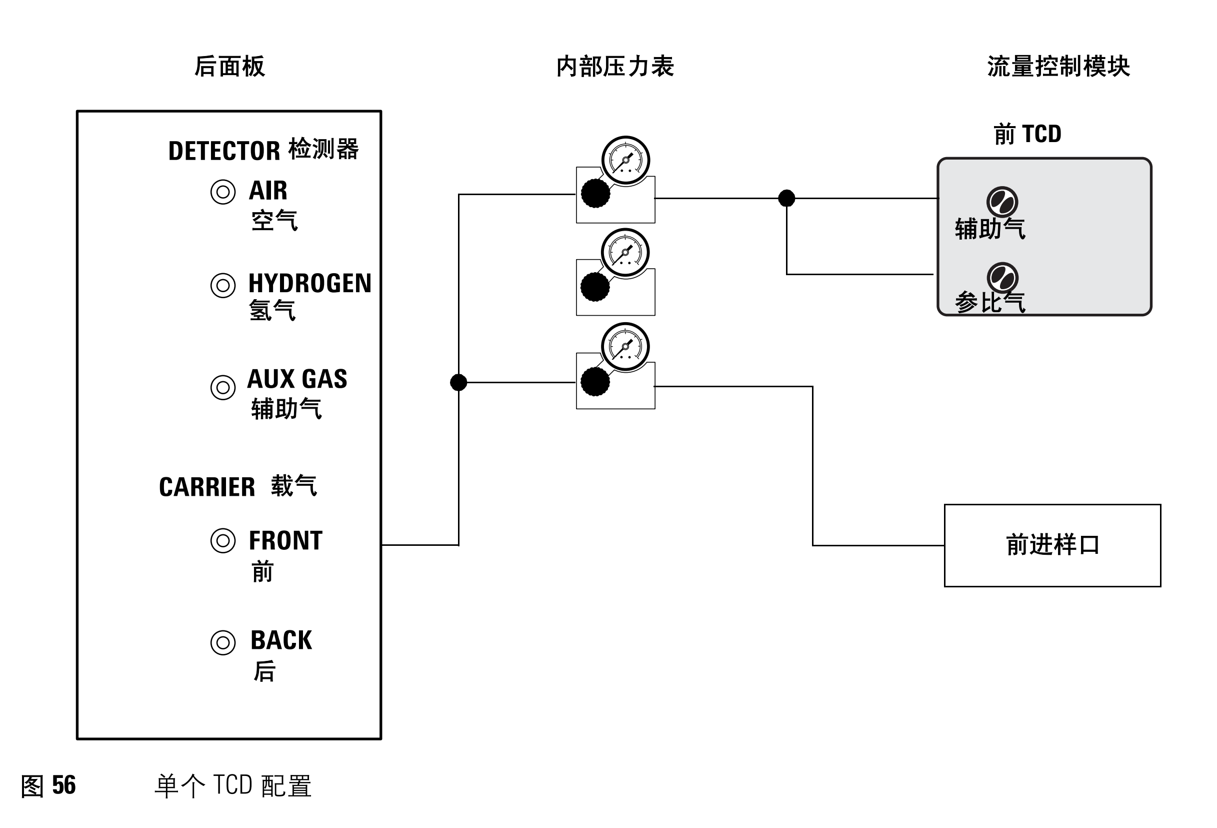



图 56 单个 TCD 配置

# TCD / TCD

图 57 表示安装两个 TCD 的出厂配置。

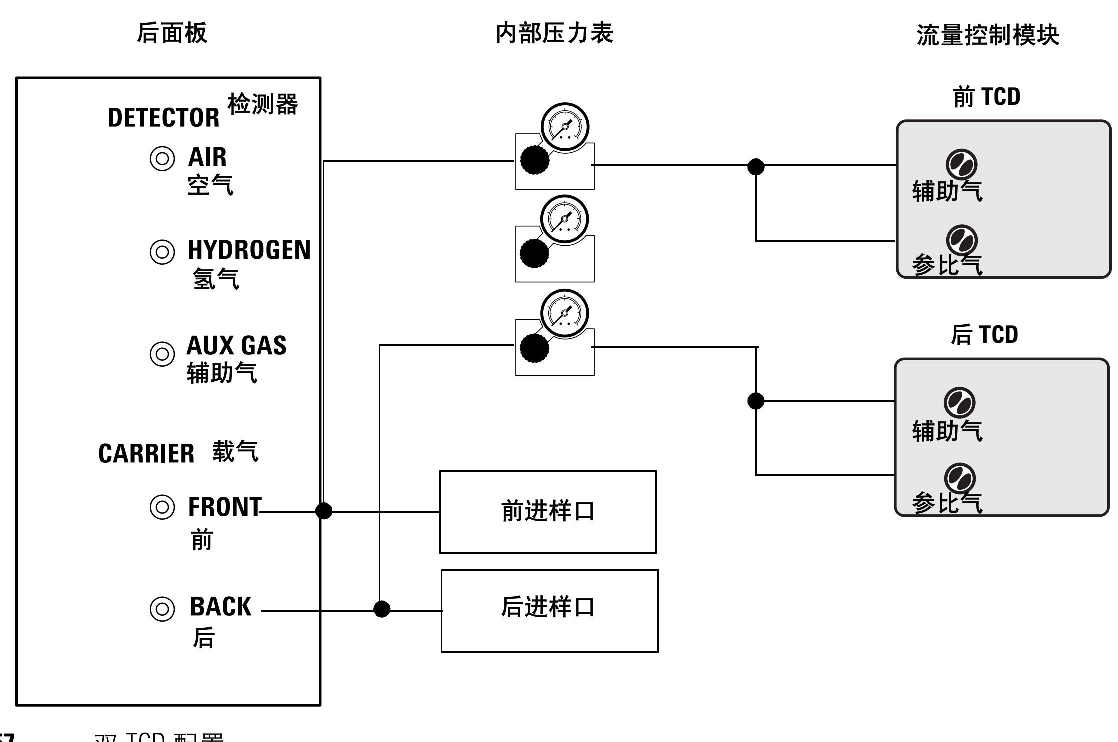



**图 57** 双 TCD 配置

## 安装注意

- 如果两个进样口使用同一种载气，就要在仪器*外部*用三通接头将两路载气管连接。

# ECD

图 58 表示安装一个 ECD 的出厂配置。

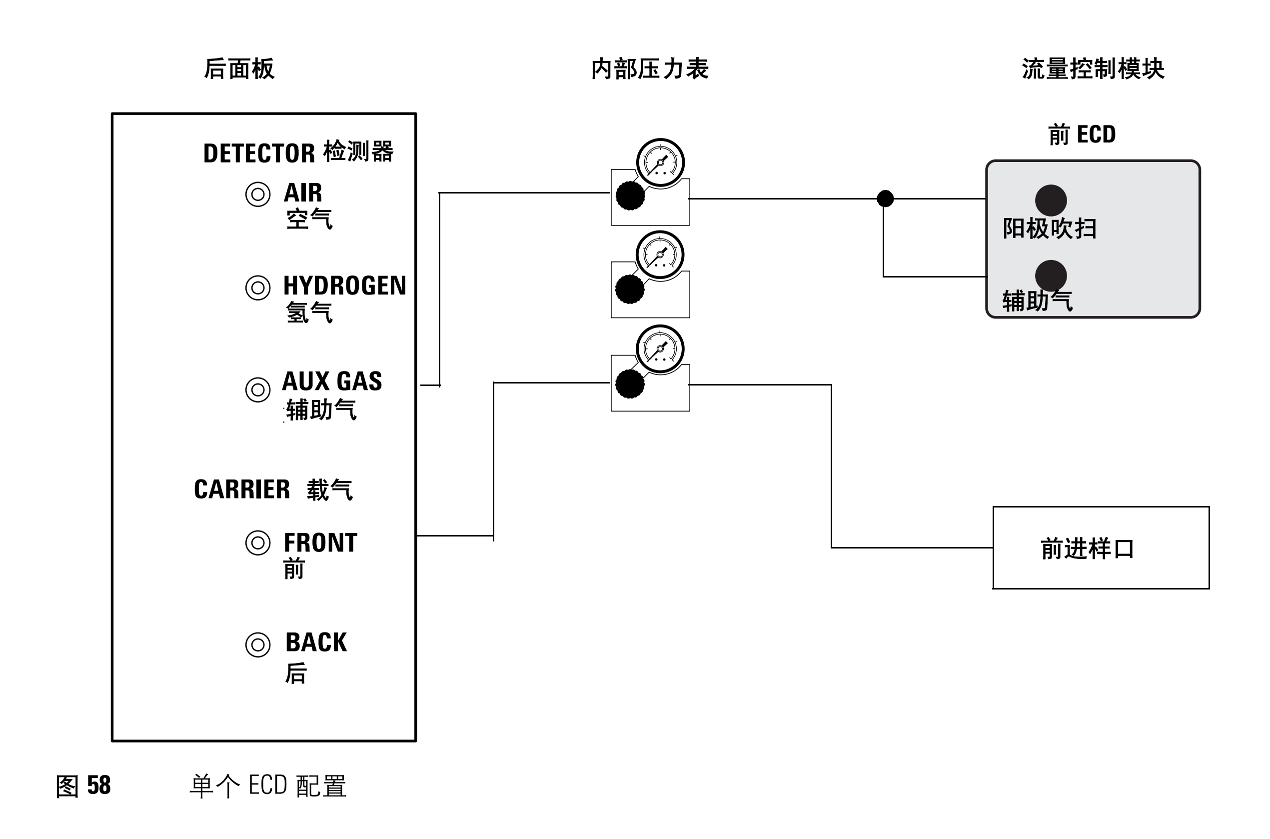



**图 58** 单个 ECD 配置

## 安装注意

- 检测器气体流量必须不受进样口压力的影响。

# ECD / ECD

图 59 表示安装两个 ECD 的出厂配置。

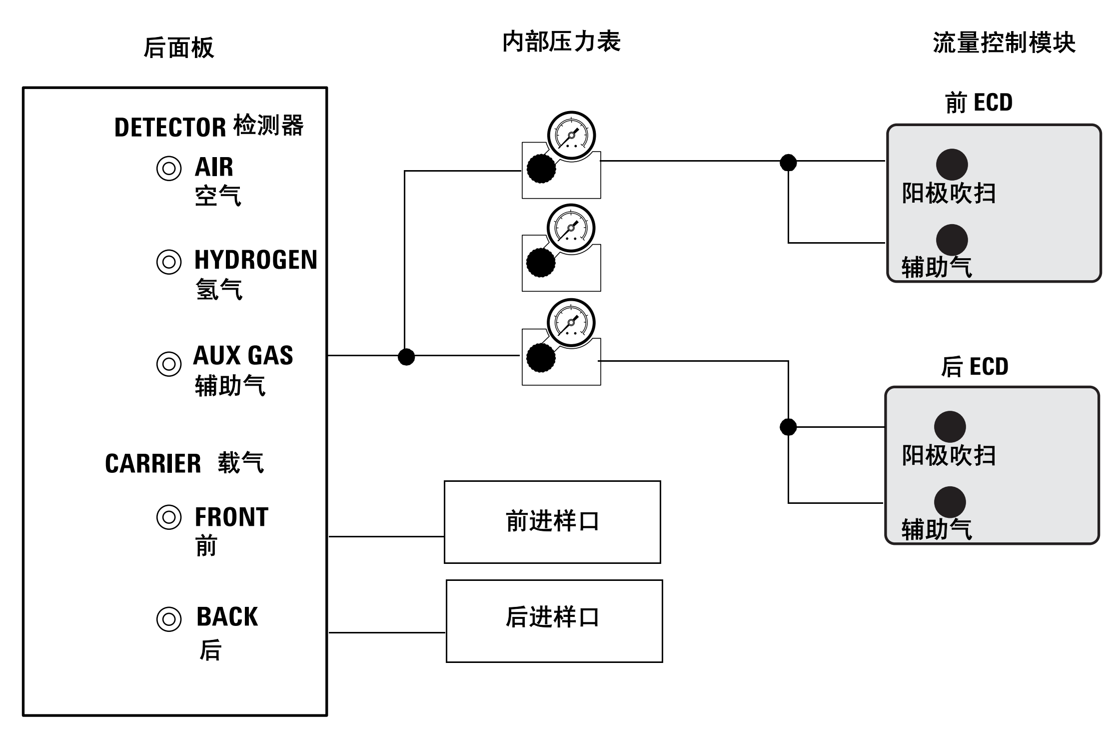



**图 59** 双 ECD 配置

## 安装注意

如果两个进样口使用同一种载气，就要在仪器*外部*用三通接头将两路载气管连接。

# NPD

图 60 表示安装一个 NPD 的出厂配置。

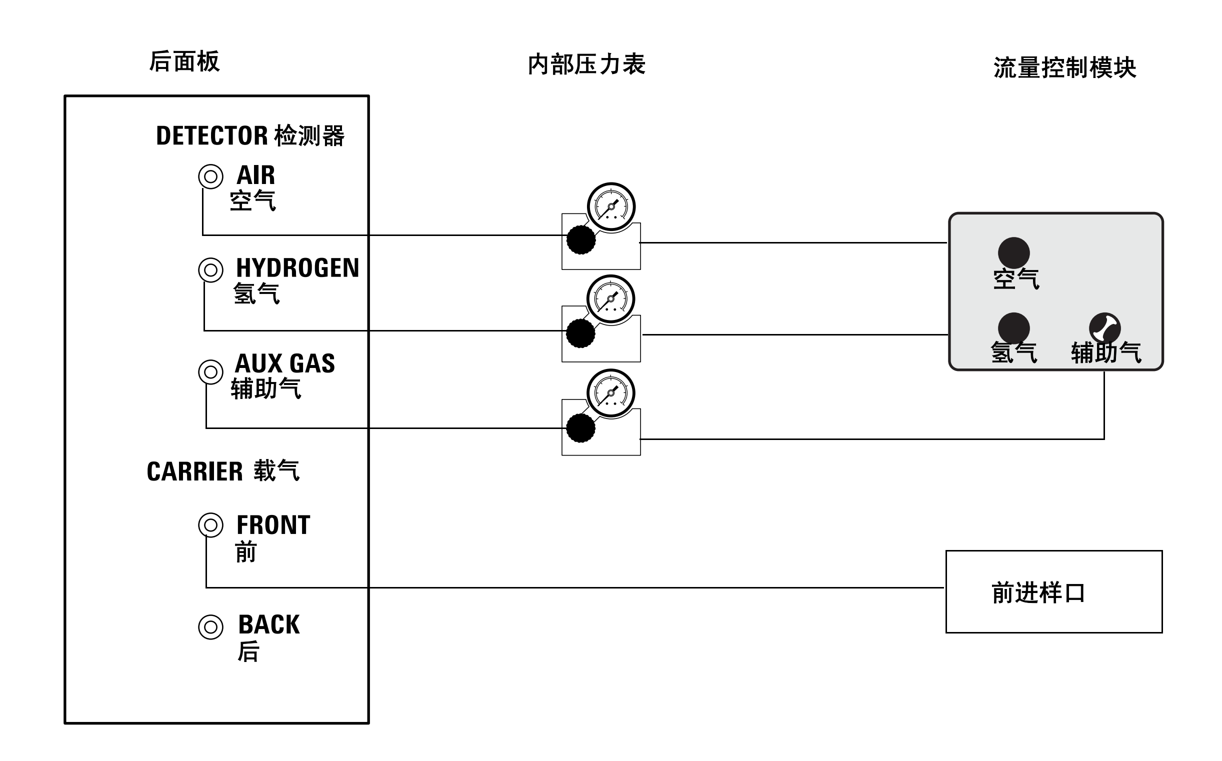



**图 60** 单个 NPD 配置

# NPD / NPD

图 61 表示安装两个 NPD 的出厂配置。

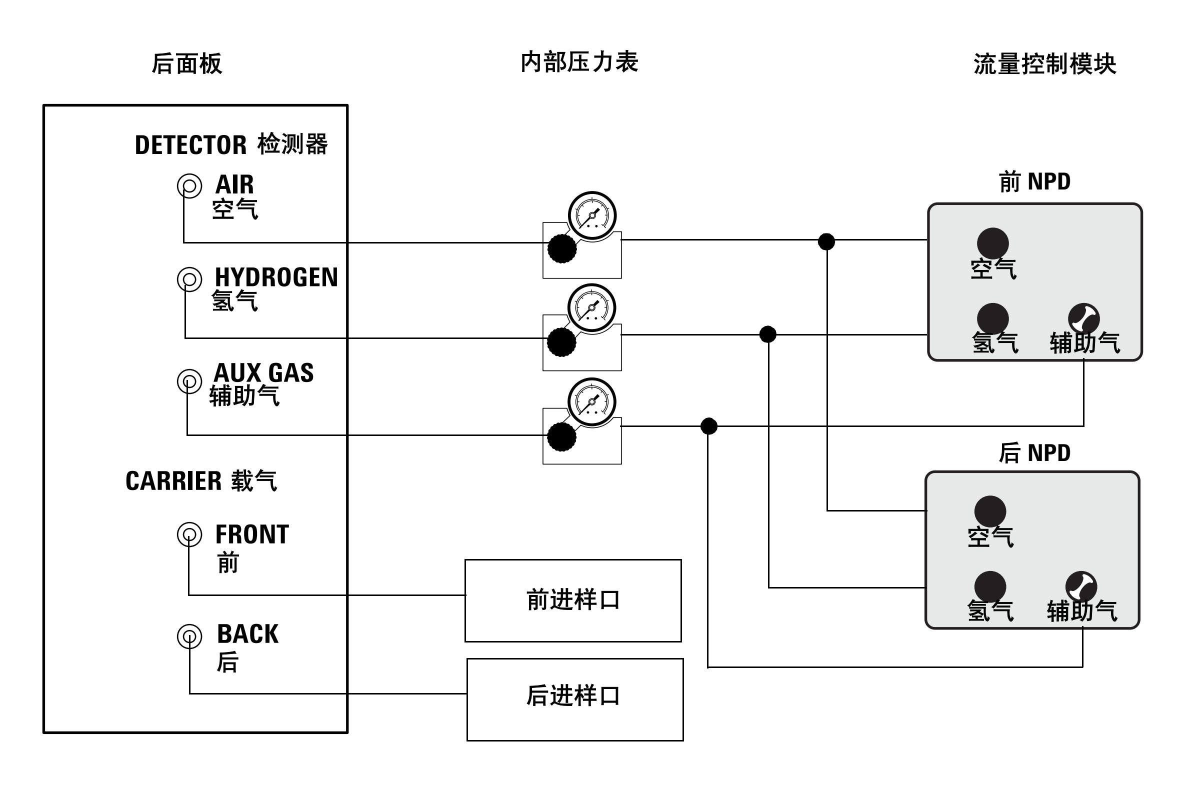



**图 61** 双 NPD 的配置

# ECD/ FID

图 62 表示安装一个 ECD 和一个 FID 的出厂配置。

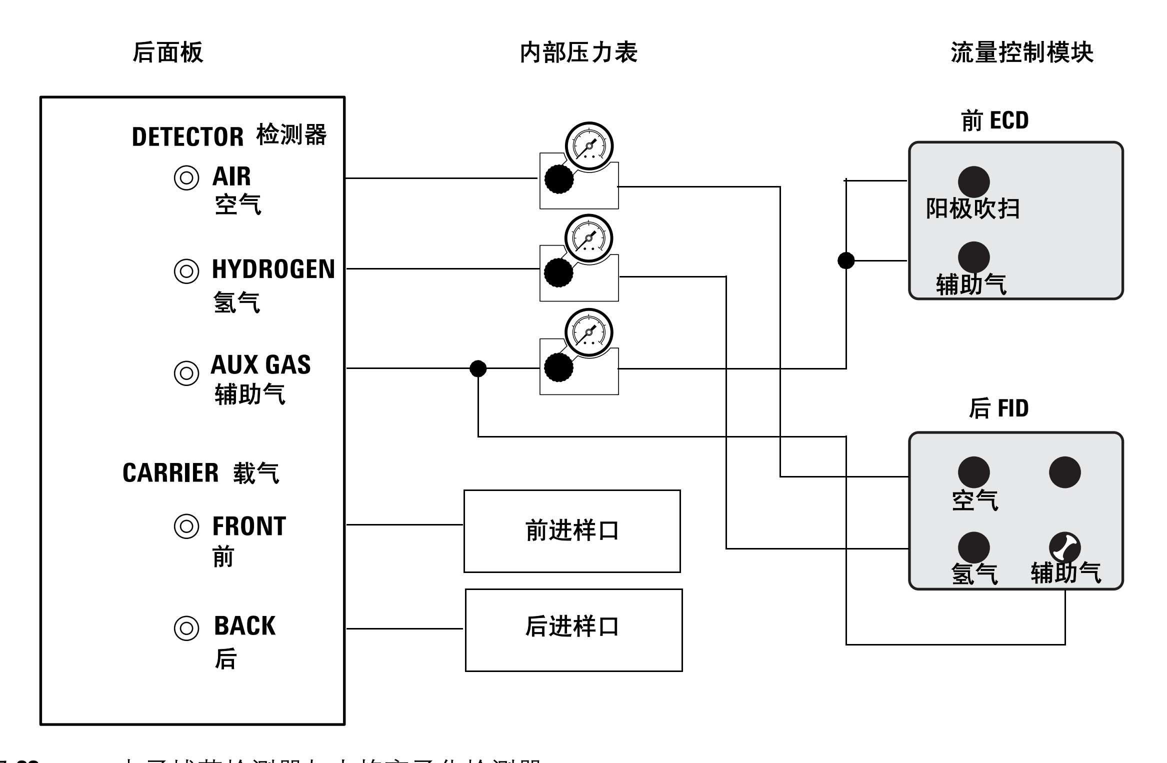



图 62　　电子捕获检测器与火焰离子化检测器

## 安装注意

- 如果两个检测器使用相同的载气，就要在仪器*外部*用三通接头将两路载气管连接。
- 气体流量由压力控制，必须与进样口压力无关。

- 如果两个进样口都使用氮气作为载气，就用两个*外部*三通接头将气源连接到 “辅助气”和两路载气的气路连接件接头上。
- 如果使用氦气或氢气作为两路载气，就使用外部三通接头来连接两路载气。
- 如果使用氦气或氢气作为一个进样口的载气，而使用氮气为另一个进样口的载气，就使用一个外部三通接头连接氮气 “辅助气”和载气。

# ECD/ NPD

图 63 表示安装一个 ECD 和一个 NPD 的出厂配置。

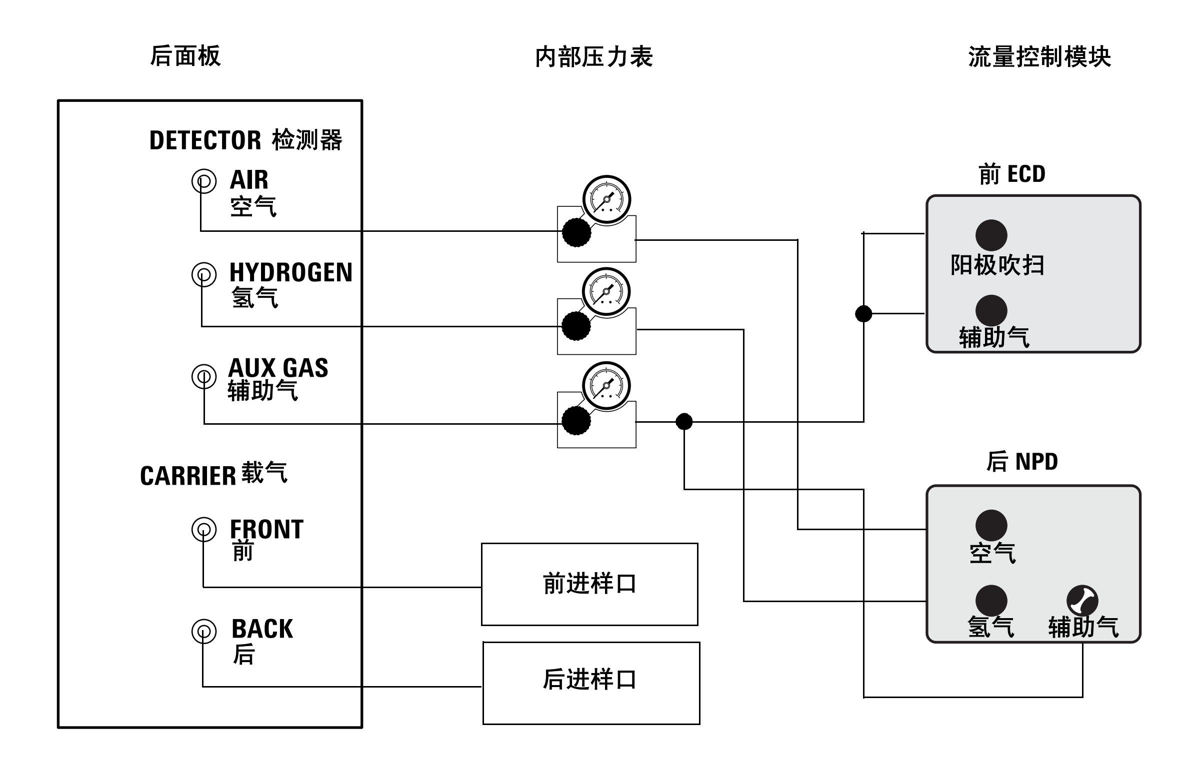



**图 63** 电子捕获检测器与氮磷检测器

# TCD / FID

图 64 表示安装一个 TCD 和一个 FID 的出厂配置。

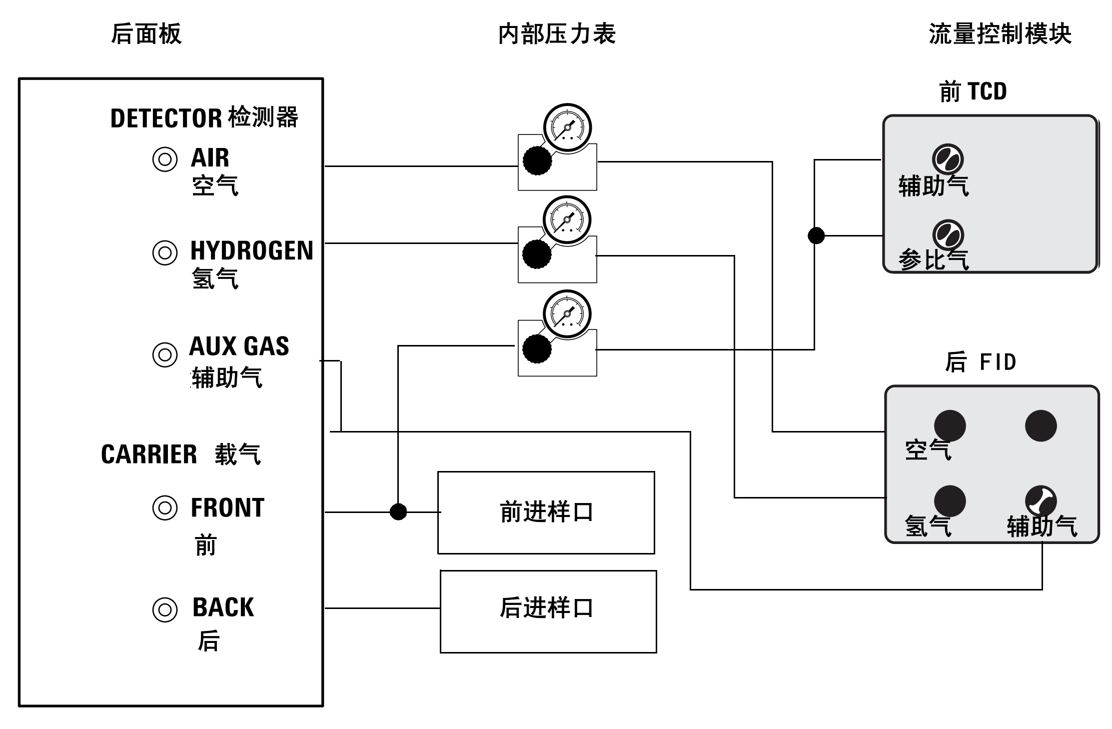



**图 64** TCD/FID 配置

## 安装注意

- 如果两个检测器使用相同的载气，就要在仪器*外部*用三通接头将两路载气管连接。
- 如果两路载气都是氢气， FID 辅助气就必须是氮气或氦气，且不能受压力的调整。注意，提供 FID 氢气的压力较低，远低于进样口所需的压力。

# TCD / ECD

图 65 表示安装一个 TCD 和一个 ECD 的出厂配置。

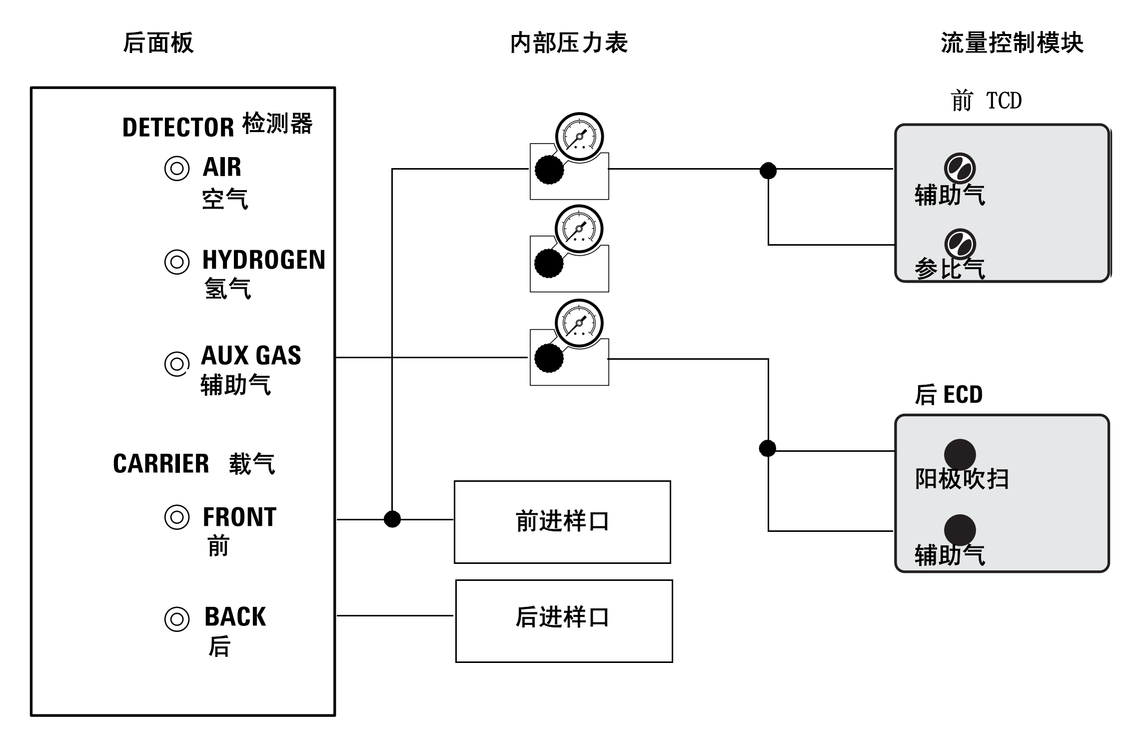



**图 65** TCD/ECD 配置

## 安装注意

- 如果两个进样口使用同一种载气，就要在仪器*外部*用三通接头将两路载气管连接。
- 若要使这种检测器组合充分灵活，就要安装附加的压力表。

# TCD / NPD

图 66 表示安装一个 TCD 和一个 NPD 的出厂配置。

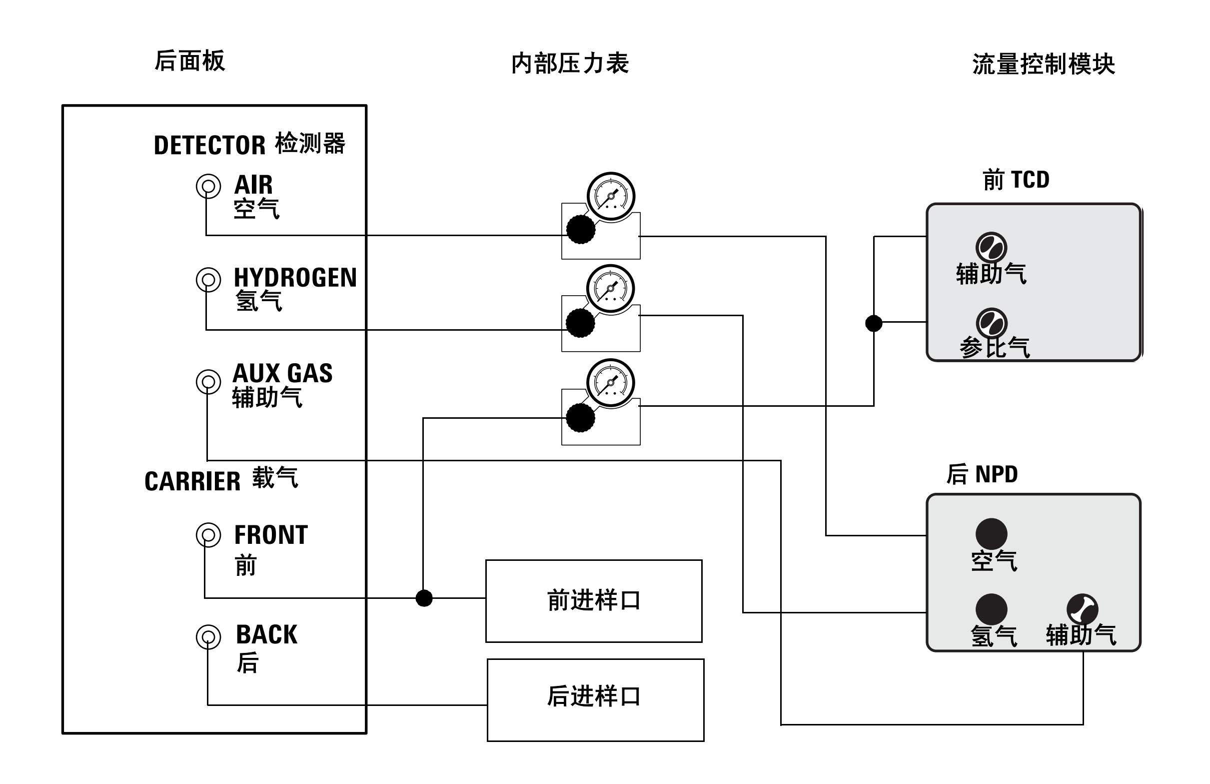



**图 66** 热导检测器和氮磷检测器

## NPD / FID

图 67 表示安装一个 NPD 和一个 FID 的出厂配置。

后面板
DETECTOR 检测器
AIR 空气
HYDROGEN 氢气
AUX GAS 辅助气
CARRIER 载气
FRONT 前
BACK 后
内部压力表
流量控制模块
前 NPD
空气
氢气
辅助气
后 FID
空气
氢气
辅助气
前进样口
后进样口

**图 67** 氮磷检测器和火焰离子化检测器






2004 年 4 月，中国印刷



G1176-90010